

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 614 868**

51 Int. Cl.:

D21H 13/24	(2006.01) C08L 67/04	(2006.01)
C08L 1/02	(2006.01) D21H 11/04	(2006.01)
D21H 23/04	(2006.01) D21H 13/12	(2006.01)
D21H 25/04	(2006.01) D21H 13/14	(2006.01)
D21H 27/10	(2006.01) D21H 13/20	(2006.01)
B29K 67/00	(2006.01) D21H 21/40	(2006.01)
B29C 70/12	(2006.01) B42D 25/29	(2014.01)
C08J 3/00	(2006.01) B29K 401/00	(2006.01)
C08L 1/08	(2006.01)	
D21D 1/20	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.05.2013 PCT/SE2013/050527**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **14.11.2013 WO2013169203**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.05.2013 E 13787552 (2)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.11.2016 EP 2847383**

54 Título: **Procedimiento para fabricar una composición que comprende fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas**

30 Prioridad:

11.05.2012 SE 1250482
11.05.2012 SE 1250481

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.06.2017

73 Titular/es:

**SÖDRA SKOGSÄGARNA EKONOMISK
FÖRENING (100.0%)**
351 89 Växjö , SE

72 Inventor/es:

**MESIC, NARCIS y
FRIMAN, ANNA LINDA VIKTORIA**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 614 868 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para fabricar una composición que comprende fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas

Campo técnico

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar una composición que comprende fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas no refinadas. Además, la invención se refiere a composiciones y/o artículos que comprenden fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas no refinadas producidos en dicho procedimiento. Las fibras termoplásticas pueden ser fibras polilácticas.

Antecedentes

- 10 Los polímeros de recursos renovables han atraído una cantidad creciente de atención a lo largo de las dos últimas décadas, debido principalmente a dos razones: preocupaciones medioambientales y las limitaciones de los recursos del petróleo. Como la mayoría de los polímeros de la materia prima del petróleo, los polímeros de recursos renovables raramente se usan como materiales funcionales en estado puro. Por el contrario, se usan a menudo materiales compuestos que comprenden los polímeros de recursos renovables para mejorar propiedades específicas.

- 15 Las fibras de celulosa se usan ampliamente en materiales poliméricos para mejorar las propiedades mecánicas de los materiales compuestos. La celulosa es la sustancia mayoritaria obtenida de las fibras vegetales, y las aplicaciones para polímeros reforzados con fibra de celulosa están en un primer plano, con atención especial a las materias primas renovables.

- 20 El desarrollo de polímeros sintéticos usando monómeros de recursos naturales proporciona una nueva dirección para desarrollar polímeros biodegradables respetuosos con el medio ambiente a partir de recursos renovables. Uno de los polímeros más prometedores a este respecto es el poli(ácido láctico) (PLA), porque puede prepararse a partir de productos agrícolas y es fácilmente biodegradable.

El objetivo habitual para preparar nuevas mezclas de dos o más polímeros no es cambiar las propiedades de los polímeros drásticamente, sino sacar el máximo rendimiento posible de la mezcla.

- 25 El uso de una matriz de PLA reforzada con diversas fibras de celulosa ha sido reportado ampliamente. Las fibras de celulosa tienen un módulo y una resistencia a la tracción de la matriz de PLA mejorados con éxito. Sin embargo, la pobre interfaz entre el PLA hidrófobo y las fibras de celulosa hidrófilas da como resultado propiedades mecánicas pobres. Para mejorar la interfaz entre las fibras de PLA y las fibras a base de celulosa, se han desarrollado diversos tratamientos de superficie, tales como esterificación, tratamiento con álcalis y cianoetilación. Sin embargo, es un problema aún producir una mezcla homogénea de fibras de celulosa y fibras de PLA. Esto es especialmente cierto cuando se fabrica papel con una alta cantidad de biofibra, ya que las biofibras largas tienden a crear manojos y copos de fibra. Además, la resistencia de la celulosa habitualmente se reducirá cuando se mezcle un biopolímero, tal como PLA, con las fibras de celulosa. La falta de homogeneidad deteriora la estructura del producto obtenido y produce productos con propiedades no uniformes. Por lo tanto, es sumamente importante obtener una mezcla de celulosa y biofibras que sea tan homogénea como sea posible. La homogeneidad puede ser mejorada usando una suspensión de fibras de celulosa cortas. Sin embargo el inconveniente de usar una suspensión de fibras de celulosa cortas es que las propiedades mecánicas tales como la resistencia al desgarro del material resultante se deterioran.

- 40 Una manera de aumentar la homogeneidad de una composición como la descrita anteriormente es añadir p.ej. lubricantes y/o tensioactivos a la suspensión de fibras. El lubricante y/o los tensioactivos reducirán la fricción entre las fibras, y reducirán de este modo la formación de copos de fibras grandes. Sin embargo, la adición de lubricantes y/o tensioactivos tiende a crear problemas con la espumación. Otros métodos se refieren a cambiar la superficie de las fibras de celulosa. Sin embargo, estas soluciones no resuelven totalmente el problema de proporcionar artículos compuestos adecuados, tales como láminas de papel, que comprendan fibras termoplásticas tales como fibras de PLA y fibras de celulosa que tengan buena formación, permeabilidad al aire controlada, buen plegado e índice de desgarro cuando sean convertidas en diferentes productos.

- 45 La solicitud de patente internacional WO 2009008822 describe procedimientos para fabricar un material compuesto que tiene fluencia mecanosortiva reducida. Sin embargo, el procedimiento descrito no vence el problema con la provisión de homogeneidad.

- 50 Es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento mejorado para producir composiciones que comprenden fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas. Además, es también un objeto de la invención proporcionar composiciones y artículos compuestos que comprenden fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas que venzan los problemas mencionados anteriormente. Las fibras termoplásticas pueden ser fibras de PLA.

Compendio de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar una composición que comprende fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas no refinadas, en donde dicho procedimiento comprende la etapa de:

a) mezclar pulpa húmeda refinada con una suspensión en agua de fibras termoplásticas no refinadas.

5 Se ha encontrado, sorprendentemente, que los problemas mencionados anteriormente son evitados refinando las fibras de pulpa de celulosa y mezclando posteriormente las fibras de pulpa de celulosa refinadas en un estado húmedo con una suspensión acuosa de fibras termoplásticas. Por tanto, las fibras de pulpa de celulosa refinadas, así como las fibras termoplásticas, están en un estado húmedo cuando se mezclan entre sí. Las fibras termoplásticas no están refinadas, es decir, son fibras termoplásticas no refinadas. Las fibras de pulpa de celulosa se refinan hasta el grado deseado antes de ser mezcladas con las fibras termoplásticas. De esta manera, la forma y/o propiedades deseadas de las fibras de pulpa de celulosa, tales como longitud de fibra, desenmarañamiento, resistencia mecánica, índice de tracción y deformación pueden obtenerse sin afectar a las fibras termoplásticas. Este es un beneficio significativo, dado que las fibras termoplásticas pueden ser afectadas de una manera indeseada por el refinado. Por ejemplo, el refinado de las fibras termoplásticas puede conducir a acortamiento de las fibras, modificación de la superficie de las fibras, fusión, formación de grumos y/o atascamiento. En particular, las fibras termoplásticas revestidas pueden perder todo o parte de su revestimiento durante el refinado, cambiando de este modo las propiedades y el comportamiento de las fibras en la dispersión que resulta de mezclar las fibras de pulpa de celulosa refinadas en un estado húmedo con la suspensión acuosa de fibras termoplásticas.

Una ventaja adicional del procedimiento descrito en la presente memoria es que permite el uso fibras termoplásticas rizadas, así como rectas, es decir, no rizadas, tales como fibras de PLA. Dado que las fibras termoplásticas rizadas se manejan como balas, son preferidas para usar en una escala industrial, en comparación con fibras termoplásticas rectas, que se suministran en bolsas. Cuando se prepara, por ejemplo, una lámina de papel, se esperaría que las fibras no rizadas se extendieran de una manera diferente en comparación con las fibras rizadas, afectando de este modo a las propiedades mecánicas de la lámina de papel producida. Inesperadamente, los inventores de la presente invención han encontrado que las propiedades mecánicas de las láminas de papel que resultan del procedimiento descrito en la presente memoria exhiben esencialmente las mismas propiedades mecánicas cuando se usan fibras termoplásticas rizadas y no rizadas, respectivamente.

El refinado de la pulpa que comprende las fibras de pulpa de celulosa puede realizarse usando refinadores convencionales tales como, pero no limitados a, refinadores de cono, refinadores de disco y refinadores cilíndricos. El refinado puede realizarse usando un aporte de energía de 60 a 300 kWh/ton, tal como de 80 a 110 kWh/ton, tal como 100 kWh/ton. El refinado puede realizarse en un intervalo de temperaturas de 60 a 90°C. Además, el refinado puede realizarse a una carga de borde específica, es decir, la cantidad de energía (Julios) aplicada a través de un metro de la placa del refinador, de 1 a 5 J/m.

Las fibras de pulpa de celulosa pueden obtenerse de pulpa blanqueada o no blanqueada. La pulpa puede ser pulpa de madera o pulpa de plantas tales como algodón, cáñamo y bambú. Por tanto, las fibras de pulpa de celulosa pueden ser fibras de pulpa de madera de celulosa. Dicha pulpa puede obtenerse directamente de un molino de pulpa, o puede ser pulpa nunca secada de una línea de formación de pulpa, así como pulpa secada. La pulpa nunca secada puede ser pulpa de madera blanda nunca secada. La pulpa nunca secada puede ser también pulpa kraft de madera blanda nunca secada. El uso de pulpa nunca secada ofrece ventajas tales como requerimiento de energía reducido y coste reducido. La pulpa puede ser fabricada a partir de procedimientos de pulpa conocidos por el experto en la técnica.

Las fibras de pulpa de celulosa en la composición definida en la presente memoria pueden tener una longitud de 0,5 a 4 mm, tal como de 1 a 3 mm, tal como de 2 a 3 mm. Además, las fibras de pulpa de celulosa pueden ser modificadas químicamente usando un compuesto químico, tal como, pero no limitado a, por ejemplo, CMC (carboximetilcelulosa). La CMC puede reducir adicionalmente la fricción y mejorar la dispersión de las fibras.

Las fibras de pulpa de celulosa refinadas a ser mezcladas con las fibras termoplásticas no refinadas están en un estado húmedo, es decir, están mezcladas con agua. Como se emplea en la presente memoria, las fibras de pulpa de celulosa en un estado húmedo se denominan pulpa húmeda. La pulpa húmeda puede ser una suspensión de pulpa o una lechada de pulpa.

Las fibras de pulpa de celulosa pueden estar comprendidas en una suspensión de pulpa, es decir, una suspensión acuosa que comprende de 2 a 30% en peso de fibras de pulpa de celulosa. La suspensión de pulpa puede obtenerse añadiendo agua o agua blanca a las fibras de pulpa de celulosa. La suspensión de pulpa puede tener una concentración de 4% en peso o menos, tal como de 0,1 a 4% en peso, tal como de 1 a 4% en peso, tal como de 3 a 4% en peso, tal como por debajo de 3,5% en peso, tal como de 2 a 4% en peso.

Antes de mezclar las fibras termoplásticas con la pulpa húmeda refinada, las fibras termoplásticas se suspenden en agua. El agua puede tener una temperatura de 70°C o inferior, tal como 60°C, tal como 50°C. La suspensión obtenida puede tener una concentración de 2 a 5% en peso, tal como 3,5% en peso, en base a las fibras termoplásticas. El manejo de las fibras termoplásticas se facilita en gran medida suspendiendo las fibras

termoplásticas en agua y usando la suspensión acuosa de fibras termoplásticas resultante para mezclar con la pulpa húmeda. Además, mezclar la suspensión acuosa de fibras termoplásticas con la pulpa húmeda proporciona una suspensión homogénea. Esto está en contraste con usar fibras termoplásticas secas, lo que conduce a una mezcla no homogénea en la que hay manojos de fibras.

- 5 Por tanto, se proporciona un procedimiento para fabricar una composición que comprende fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas, en donde dicho procedimiento comprende la etapa de:

a) mezclar pulpa húmeda refinada con una suspensión en agua de fibras termoplásticas no refinadas.

10 La suspensión acuosa de pulpa puede tener una concentración igual a o menor que 4% en peso, tal como de 0,1 a 4% en peso, tal como de 1 a 4% en peso, tal como de 3 a 4% en peso, tal como por debajo de 3,5% en peso, tal como de 2 a 4% en peso. Alternativamente, las fibras de pulpa de celulosa pueden estar comprendidas en una suspensión de pulpa, es decir, una pulpa que comprende 35-50% en peso de fibras de pulpa de celulosa en agua. Por consiguiente, se proporciona un procedimiento para fabricar una composición que comprende fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas, en donde dicho dicho procedimiento comprende la etapa de:

15 a) mezclar una suspensión acuosa de pulpa refinada con una suspensión acuosa de fibras termoplásticas no refinadas.

Se apreciará que el procedimiento descrito en la presente memoria puede comprender una etapa de refinar las fibras de pulpa de celulosa antes de la etapa a). Por tanto, se proporciona un procedimiento para fabricar una composición que comprende fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas, en donde dicho dicho procedimiento comprende las etapas de:

20 a') refinar una pulpa, y

a) mezclar la pulpa refinada con una suspensión en agua de fibras termoplásticas no refinadas.

En el procedimiento descrito en la presente memoria la suspensión acuosa de fibras termoplásticas puede tener una concentración de 2 a 5% en peso, tal como de 3 a 4% en peso o aproximadamente 3,5% en peso.

Además, las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA pueden estar revestidas con un revestimiento.

25 El revestimiento puede comprender un polímero no iónico y/o un polímero aniónico y/o un polímero catiónico y/o un lubricante. La homogeneidad del material compuesto y el artículo compuesto obtenidos por el procedimiento descrito en la presente memoria puede ser potenciada revistiendo las fibras termoplásticas con el revestimiento. El revestimiento puede permitir la separación de las fibras de celulosa y las fibras termoplásticas, y reducir de este modo la aglomeración de las fibras. El revestimiento puede denominarse también composición de acabado o acabado.

30 El revestimiento puede comprender de 40 a 60% en peso de lubricante, de 15 a 35% en peso de polímero aniónico y de 10 a 25% en peso de polímero no iónico. El revestimiento también puede comprender de 1 a 5% en peso de un biocida, un antioxidante, un agente antifricción y/o un agente de regulación de la viscosidad. El lubricante puede seleccionarse de ceras, tales como ceras sintéticas, ésteres, tales como estearato de butilo, ésteres etoxilados, ácidos grasos etoxilados, ácidos grasos etoxilados y poliéteres. El polímero aniónico puede seleccionarse de un tensioactivo aniónico, tal como un agente antiestático, tal como fosfatos de ácidos alquílicos y sus sales, derivados etoxilados de las sustancias mencionadas anteriormente, fosfato etoxilado de ácidos grasos y alcoholes, sulfatos y sulfonatos orgánicos. El polímero no iónico puede seleccionarse de tensioactivos no iónicos, tales como emulsionantes tales como poliglicoles, ésteres y éteres de poliglicol, ésteres de ácidos grasos de glicerilo, alcoholes etoxilados, ácidos grasos, amidas grasas, alquilfenoles o derivados de los mismos. La selección de cada componente comprendido en el revestimiento depende del uso de la composición definida en la presente memoria, por ejemplo, si la composición es para ser usada para una aplicación alimentaria en los Estados Unidos, entonces deben seleccionarse componentes aprobados por la Administración de Alimentos y Fármacos (FDA).

35 La cantidad de revestimiento en relación con la cantidad de las fibras termoplásticas puede variar de 0,19 a 0,5% en peso, tal como de 0,25 a 0,45% en peso, tal como de 0,30 a 0,40% en peso. Además, el revestimiento puede no tener que revestir la fibra termoplástica entera, es decir, las fibras termoplásticas pueden ser revestidas parcialmente. Además, las fibras pueden no tener que ser revestidas con el mismo revestimiento, y por lo tanto la cantidad total de fibras termoplásticas puede comprender fibras termoplásticas que tienen diferente composición de los revestimientos. También, no todas las fibras termoplásticas pueden ser revestidas con el revestimiento definido anteriormente o en lo sucesivo, por ejemplo, pero no limitado a, el 80% o más de las fibras termoplásticas pueden ser revestidas, tal como de 80 a 99% de las fibras termoplásticas pueden ser revestidas. Las fibras termoplásticas pueden ser revestidas con una, dos o más capas de revestimiento. Como se mencionó anteriormente, las fibras termoplásticas pueden ser fibras de PLA.

50 Hay diferentes procedimientos disponibles para aplicar un revestimiento a las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA. Uno de los procedimientos más comunes usados comprende estirar la fibra sobre un rodillo, que a su vez

5 gira en un baño que comprende el revestimiento. La cantidad de revestimiento aplicado es determinada por la velocidad del rodillo, la viscosidad del revestimiento y del potencial de humedecimiento del revestimiento. Pueden añadirse aditivos al fundido del termoplástico, tal como un fundido de PLA, cuando se fabrican las fibras de PLA. Un ejemplo de tal aditivo es etileno-bis-estearamida (EBS) que puede añadirse en una cantidad de 0,1 a 0,5%. La EBS contribuye a hacer a las fibras blandas y flexibles, y también reduce la adhesión a metales.

Las fibras termoplásticas pueden seleccionarse de fibras de poliolefinas, poliésteres, policarbonatos, polivinilos, copolímeros de los mismos y mezclas de los mismos. La poliolefina puede seleccionarse de polietileno y polipropileno. El poliéster puede seleccionarse de polihidroxibutirato (PHB) y PLA.

10 Las fibras termoplásticas pueden seleccionarse de fibras hechas de polietileno (que incluye LDPE, LLDPE, MDPE, HDPE), polipropileno, polihidroxibutirato (PHB) y PLA, y copolímeros o mezclas de los mismos.

Preferiblemente, las fibras termoplásticas son fibras de PLA. Las fibras de PLA pueden revestirse con un revestimiento descrito en la presente memoria.

15 Las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA de la composición o artículo compuesto descritos en la presente memoria pueden tener una longitud de 1 a 6 mm. Además, las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA pueden tener un dtex de 0,5 a 2,0, tal como de 0,9 a 1,7, tal como 1,5 a 1,7. Las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA pueden tener un ángulo de rizo de 98° o más, tal como hasta 180°. Según la presente invención, las fibras de PLA pueden tener un número de rizo de 1 a 7 rizados/cm, tal como de 1 a 4 rizados/cm. Contrariamente a lo esperado, en el procedimiento descrito en la presente memoria se encontró que las fibras termoplásticas rizadas proporcionan composiciones y artículos compuestos que tienen sustancialmente las mismas propiedades con respecto a, por ejemplo, permeabilidad al aire y densidad que cuando se usaron fibras termoplásticas no rizadas. El grado de cristalinidad de las fibras termoplásticas tales como fibras de PLA puede variar. Por ejemplo, las fibras de PLA pueden tener una cristalinidad de 40%. El grado de cristalinidad dependerá del uso pretendido de la composición definida en la presente memoria.

El procedimiento descrito en la presente memoria puede comprender además las etapas de:

- 25 b) retirar el agua de la composición hasta un artículo compuesto, y
c) secar el artículo compuesto.

30 La retirada de agua puede realizarse usando una prensa tal como, pero no limitada a, una prensa de rodillos o una prensa de zapatas. También, la retirada de agua puede realizarse usando varias prensas consecutivas, tal como dos o más prensas. El artículo compuesto que ha sufrido la retirada de agua puede tener un contenido de agua de 30-70% en peso, tal como de 40 a 65% en peso.

El secado puede realizarse usando un secador rápido o secador de láminas. El artículo compuesto que ha sufrido el secado puede tener un contenido de agua de 1 a 30% en peso, tal como de 5 a 20% en peso.

35 El procedimiento descrito en la presente memoria proporcionará composiciones y artículos compuestos que comprenden fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas. Las composiciones pueden ser transformadas en artículos compuestos tales como copos o balas. Las balas pueden tener un peso de 50 a 300 kg, de 100 a 300 kg o 100-200 kg. Cuando se fabrica una bala, la composición puede ser compactada usando una prensa, por ejemplo. Los artículos compuestos son adecuados para almacenamiento, transporte y transformación adicional en diversos productos tales como láminas de papel, recipientes, recipientes para alimentos, papel especial, papel tisú, bolsas para té, etiquetas, muebles, papel de seguridad, papel de billetes, tablero de fibras, cartulina, tela, laminados y
40 carteles. Se ha encontrado que una lámina de papel formada a partir del artículo compuesto producido de acuerdo con el procedimiento descrito en la presente memoria tiene excelentes propiedades con respecto a índice de desgarro, rigidez a la tracción, permeabilidad al aire controlada y formación. La lámina de papel comprende fibras de celulosa y un termoplástico sacados a una temperatura por encima del punto de fusión del termoplástico. El termoplástico puede ser PLA. La medida de la formación se describe más adelante.

45 La composición y/o artículo compuesto definido en la presente memoria puede comprender 70% en peso o menos de fibras termoplásticas, tal como de 5 a 50% en peso de fibras termoplásticas, tal como de 10 a 40% en peso, tal como de 10 a 30% en peso. Las fibras termoplásticas pueden ser fibras de PLA.

50 Los artículos compuestos obtenidos por el procedimiento descrito en la presente memoria pueden usarse como material de partida para preparar un producto deseado. Alternativamente, los artículos compuestos pueden ser sometidos a un tratamiento adicional antes de la transformación en un producto deseado. Por ejemplo, los artículos compuestos descritos en la presente memoria pueden ser desintegrados, triturados, suspendidos en agua y/o refinados antes de ser convertidos en productos tales como bolsas para té, etiquetas y papel especial. También, el experto en la técnica es consciente de que pueden añadirse otros componentes antes de que la composición o artículo compuesto sean convertidos en los diferentes productos. Los ejemplos de tales componentes incluyen
55 pigmentos orgánicos o inorgánicos, aglutinantes, agentes de retención, agentes de floculación, adhesivos y/o agentes de fijación.

Por tanto, se proporciona un procedimiento descrito en la presente memoria que comprende además la etapa de:

d) refinar el artículo compuesto.

El procedimiento descrito en la presente memoria también puede comprender la etapa de:

e) añadir una suspensión acuosa de fibras termoplásticas.

5 El procedimiento descrito en la presente memoria también puede comprender las etapas de:

f) retirar el agua de la composición de la etapa e) hasta un artículo compuesto, y

g) secar el artículo compuesto por encima del punto de fusión de las fibras termoplásticas.

Medida de la formación

10 La formación es la distribución de fibra dentro del plano de la lámina, es decir, la variación a pequeña escala de la distribución de masa dentro del plano de una lámina de papel. El número de formación, llamado también formación en la presente memoria, es el índice de formación cuantitativo aceptado generalmente, y es el coeficiente de variación del gramaje local, es decir, la relación de la desviación estándar al gramaje medio de la lámina. La formación se midió como sigue:

15 Se generó una imagen de radiograma exponiendo una lámina de muestra a una fuente beta (C-14) y registrando la radiación transmitida a través de la lámina con una placa de imágenes. Se transfirió una escala de grises digital escaneada al mapa de gramaje real usando una tira de calibración con niveles de gramaje conocidos a lo largo de una cara de la muestra. El análisis de la formación se realizó a partir del mapa de gramaje. El análisis presentó los números de formación.

El equipo usado:

20 Fuente de radiación: C-14, tamaño de al menos 120 mm x 120 mm, actividad típicamente 750 MBq

Marco de calibración: 3-8 tiras, cuyos pesos base son conocidos

Escáner: lector de IP Fujifilm con borrador de IP o similar.

Placas de toma de imágenes (IP): Fujifilm BAS-IP tipo MS o similar

Programa informático: herramientas de evaluación MatLab

25 El procedimiento se realizó como sigue:

Se midió el peso base de la muestra y las muestras se almacenaron durante una noche para acondicionamiento. Se pesaron las muestras y se calculó el gramaje en g/m^2 .

La placa de imágenes tuvo que ser borrada antes del uso. El tiempo de borrado fue de al menos 20 min. La placa de medida también se borró al menos 1 min.

30 Para obtener la misma exposición de la placa de imágenes, independiente del peso base de la muestra, el tiempo de exposición tuvo que cambiar mediante la siguiente ecuación:

$$(1) \text{ Tiempo de exposición} = Ae^{\mu B}$$

en donde A es una constante que depende de la intensidad de la fuente radiactiva, μ es el coeficiente de absorción: típico 0,031, y B es el peso base medio de la muestra.

35 La unidad para la exposición de cada píxel en el escáner tenía la unidad PSL, que es una unidad interna para el equipo Fuji. El nivel de PSL se acopló con el nivel de grises medio de la imagen del papel sobre la placa expuesta. El nivel de PSL fue mostrado por los programas de evaluación.

La constante A de la ecuación (1) se fija al nivel de PSL 30. Para averiguar el coeficiente A, que tuvo que ser calibrado para cada sistema de exposición según el siguiente procedimiento:

40 - Ajustar A a 5 en la fórmula (1).

- Tomar una muestra de papel y medir el peso base y calcular el tiempo de exposición.

- Hacer la exposición sobre la muestra de papel con el tiempo calculado. Si el PSL mostrado en el programa de evaluación llega a 35, entonces el $A = 5 \cdot 30/35$ para este equipo de exposición.

Hay dos niveles de PSL en el estándar:

Nivel alto: PSL = 30

Nivel bajo: PSL = 10

PSL = 30 se recomienda cuando es importante una exactitud alta.

5 PSL = 10 podría usarse cuando es importante el tiempo usado para el análisis. PSL = 10 da un resultado ligeramente más ruidoso. El tiempo de exposición para PSL = 10 es 1/3 del tiempo calculado para PSL = 30.

10 La muestra se puso entre la placa de imágenes y la fuente de radiación de C-14. Después de exponer las muestras, la placa de imágenes se leyó en el escáner Fuji antes de 1/2 hora desde el final de la exposición. La resolución espacial se ajustó a 100 μm . Cuando el tiempo de exposición hubo transcurrido, la exposición fue detenida automáticamente por la unidad de exposición. Sin embargo, la placa de imágenes fue escaneada antes de media hora después de que la exposición hubo terminado. La placa de imágenes se colocó en el escáner, que escaneó la imagen expuesta hacia el ordenador.

Exponiendo la placa de imágenes sin muestra a un nivel de PSL de 30, se obtuvo el perfil de fondo (forma 3D). Suavizar el perfil de fondo y usarlo para corregir todas las imágenes proporcionó resultados más exactos.

15 La calibración del peso base a imagen en escala de grises se realizó usando tiras de gramaje conocido a lo largo de una cara de la muestra (película mylar de ejemplo).

Los parámetros de la formación se calcularon a partir de la imagen del peso base.

Definiciones

20 La expresión fibras termoplásticas se refiere a fibras basadas en polímero, donde el polímero puede tener un origen renovable o no renovable. Las fibras se caracterizan obteniendo un punto de fusión tras un calentamiento. Los ejemplos de fibras termoplásticas incluyen poliolefinas, poliésteres, policarbonatos, polivinilos y copolímeros y mezclas de los mismos.

En el presente contexto, la expresión "poli(ácido láctico)", también conocido como polilactida o PLA, que es un poliéster alifático termoplástico, pretende incluir también poli-L-lactida (PLLA), poli-D-lactida (PDLA) y poli(L-lactida-co-D,L-lactida) (PLDLLA).

25 Las expresiones "fibra celulósica" y "fibra de celulosa" pretenden incluir fibras de cualquier planta y material a base de plantas. Los ejemplos de tales fibras, pero no limitados a los mismos, son fibras de madera, algodón, cáñamo y bambú. Los ejemplos de fibras de madera, pero no limitados a los mismos, son fibras de pino, picea, abedul y eucalipto. Los ejemplos de métodos de fabricación incluyen formación de pulpa química, CTMP, TMP, cocción con sosa y organosolv.

30 La expresión "fibra de pulpa de celulosa" quiere decir fibras de celulosa de una pulpa. La pulpa puede obtenerse de cualquier planta y material a base de plantas tal como madera blanda, madera dura, algodón, cáñamo y bambú.

El término "formación", como se emplea en la presente memoria, quiere decir la distribución de fibra dentro del plano de una lámina, y puede hacer referencia a la transmisión de luz visible (formación óptica) o radiación β (formación de papel).

35 El término "rizo" quiere decir la ondulación de una fibra, es decir, la condición en la que el eje de una fibra bajo tensión externa mínima se aparta de una línea recta y sigue un camino ondulado simple o complejo o irregular.

La expresión "ángulo de rizo" quiere decir el ángulo α entre el lado de una onda de rizo y la línea cero, y puede usarse para caracterizar la geometría del rizo. El ángulo de rizo es el ángulo entre los dos lados de un arco de rizo, e indica la agudeza de un rizo.

40 La expresión "número de rizo", que se llama también frecuencia de rizo o conteo de rizo, caracteriza el número de arcos u ondas de rizo por longitud de fibra enderezada.

La expresión "pulpa húmeda" quiere decir fibras de pulpa de celulosa mezcladas con agua.

Una lechada de pulpa quiere decir una pulpa que comprende 35-50% en peso de fibras de pulpa de celulosa en agua.

45 La expresión suspensión de pulpa quiere decir una suspensión acuosa que comprende de 2 a 30% en peso de fibras de pulpa de celulosa.

Breve descripción de los dibujos

Los procedimientos descritos en la presente memoria se describirán en más detalle con referencia a los dibujos adjuntos, en donde:

- Figura 1 muestra un diagrama de proceso de un procedimiento definido en la presente memoria.
- Figura 2 muestra un diagrama de proceso de un procedimiento para fabricar una bala.
- Figura 3 muestra un diagrama de proceso de un procedimiento para fabricar una lámina.
- Figura 4 muestra el ángulo de rizo α de una fibra.
- Figura 5 muestra las propiedades de láminas de papel producidas por diferentes procedimientos de refinado y diferentes concentraciones de PLA.
- Figura 6 muestra las propiedades de láminas de papel que comprenden fibras de PLA rizadas y no rizadas, respectivamente.

Debe apuntarse que los dibujos no han sido dibujados a escala, y que las dimensiones de ciertos rasgos han sido exageradas para fines de claridad.

Descripción detallada

- 5 La Figura 1 muestra un diagrama de proceso de un procedimiento definido en la presente memoria.
- “PL” es una contención en un recipiente para fibras termoplásticas tales como fibras de PLA.
- “PU” es un recipiente para una suspensión de pulpa de celulosa o una lechada de pulpa.
- “DL1” es la preparación de la etapa de la lechada de fibras termoplásticas.
- “DL2” es la preparación de la etapa de lechada/dilución de pulpa.
- 10 “ST” es la torre de almacenamiento de la lechada de fibras termoplásticas.
- “RE” es la etapa de refinado.
- “DE” es la etapa de retirada de agua.
- “FD” es un secador rápido.
- “SH” es un secador de láminas.
- 15 El PLA y las fibras de celulosa se mezclan antes de la etapa de retirada de agua.
- La etapa de refinado se puede realizar sobre una pulpa que comprende fibras de celulosa tal como una suspensión de pulpa o una lechada de pulpa. El refinado de las fibras de celulosa puede aumentar el hinchamiento de las fibras de celulosa y reducir de este modo la fricción entre las fibras y aumentar la homogeneidad de la composición definida en la presente memoria. Esto es cierto también para láminas de papel fabricadas a partir de dicha
- 20 composición. El refinado puede proporcionar un efecto positivo sobre las propiedades mecánicas, tales como índice de tracción, resistencia Z y deformación máxima de las fibras de pulpa de celulosa refinadas. En la etapa de refinado, la pulpa puede ser bombeada hacia un refinador y además hacia el área entre el rotor y el estator. El rotor tiene una función de bombeo, y llevará la pulpa hacia el área entre los segmentos de refinado y transferirá la pulpa hacia el otro lado de una zona de refinado. Ranuras huecas en el segmento de refinado transportarán la pulpa
- 25 mientras se realiza el refinado en un área estrecha entre el rotor y el estator. El ángulo de la barra puede seleccionarse de 20 a 40°, tal como 30°.
- El secado puede realizarse usando aire caliente que tiene una temperatura por debajo del punto de fusión de las fibras termoplásticas, y puede realizarse en varias etapas.
- 30 La Figura 2 describe un procedimiento para fabricar balas secadas de manera rápida que comprenden la composición definida en la presente memoria. A la composición (la materia base) se le puede retirar el agua y prensarse. El contenido de sólidos puede ser aumentado de este modo, y la composición puede ser triturada y pueden producirse copos. Después estos copos pueden ser transferidos a un secador rápido por corriente de aire, en donde los copos de pulpa pueden ser secados, usando, p.ej., varias etapas. Después del secado, los copos pueden entrar en la primera prensa usando alimentadores de husillo, en donde pueden formarse balas. Después, la
- 35 bala puede ser llevada a una segunda prensa y envasarse después.
- La Figura 3 describe un procedimiento para fabricar una lámina que comprende la composición definida en la presente memoria. Durante la preparación de dicha composición (la materia base), las fibras de celulosa y las fibras termoplásticas (tales como las fibras de PLA) se mezclan, el pH puede ser ajustado y la composición puede ser diluida mediante el agua blanca, es decir, el filtrado del final húmedo del procedimiento de la pulpa, hasta una

concentración de 0,15% en peso. La composición obtenida puede ser bombeada después a la caja formadora y puede ser distribuida uniformemente en un alambre de formación.

5 El alambre de formación puede ser una tela sin fin de poliuretano o material similar, en donde la suspensión de fibras puede ser filtrada y las fibras termoplásticas y de celulosa pueden ser retenidas en la parte superior del alambre durante la retirada de agua, mientras el disolvente/agua blanca pasa a través de la hoja de tela permeable. La retirada de agua se produce por gravedad y vacío. El contenido de sólidos de la hoja húmeda puede ser aproximadamente 20% antes de ser transferida al filetero de la prensa y entre en la sección de prensado. Puede usarse un equipo de ultrasonidos para mejorar la formación y la retirada de agua de la hoja húmeda.

10 La sección de prensado puede comprender una o más prensas, tales como, pero no limitadas a, prensas de rodillos y/o de zapatas. La tarea principal de la sección de prensado puede ser aumentar el contenido de sólidos y reducir de este modo la energía de secado requerida. La retirada de agua puede producirse por impacto mecánico sobre la hoja húmeda, y el agua puede ser retirada por prensado hacia el fieltro de la prensa.

15 La sección de secado puede comprender un camino de secado de unos cientos de metros a través de un secador. El secado puede realizarse por aire caliente (150°C), que puede ser calentado por vapor caliente. El secador puede comprender varios niveles, en donde la hoja húmeda puede ser transferida por encima de las placas y el aire caliente puede ser soplado a través de boquillas estrechas. Después de la etapa de secado, la temperatura de la hoja obtenida puede ser reducida y la hoja puede ser cortada en láminas individuales, que pueden ser apiladas en pilas hasta que se haya alcanzado una altura final de la pila. En una etapa posterior, las pilas se presan y pueden producirse balas. Los artículos compuestos tales como las balas pueden ser transformados en láminas o en rollos pequeños.

20 La Figura 4 muestra la ondulación de una fibra. La fibra se representa como línea continua. La fibra tiene un ángulo de rizo α .

25 La Figura 5 muestra las propiedades de láminas de papel fabricadas por procedimientos de refinado diferentes y tres concentraciones de PLA diferentes. El ensayo físico se realizó como se describe en el Ejemplo 2 más adelante. La formación se midió como se describe en este documento.

30 Las tres concentraciones de PLA diferentes se refieren a suspensiones acuosas de PLA que tienen una concentración de 10% en peso, 20% en peso y 30% en peso. El procedimiento denominado "Molino de pulpa" se refiere a la prueba donde el refinado se realizó solamente sobre pulpa celulósica durante la producción de la mezcla pulpa/PLA, mientras que "Molino de papel" se refiere a la prueba donde el refinado se realizó sobre la mezcla pulpa/PLA.

Molino de pulpa:

El procedimiento denominado "Molino de pulpa" se refiere al refinado de pulpa kraft de madera blanda nunca secada a una concentración de 4% en peso, después de lo cual se mezcla con una disolución acuosa de fibras de PLA.

35 Se usaron fibras de PLA de 4 mm secas y se diluyeron en el agua, donde se produjo una suspensión al 4% de fibras de PLA. De manera similar, se produjo la suspensión de pulpa al 4% de una pulpa de celulosa nunca secada. El refinado se realizó solamente con pulpa de celulosa en el refinador de laboratorio LR 40. El aporte de energía para el refinado fue 100 kW/t.

40 Las suspensiones se mezclaron en un mezclador y se les retiró el agua por centrifugación. La mezcla húmeda entera se transformó primero para formar trozos de aproximadamente 1 cm de ancho que se almacenaron en una cesta de secado grande de tal modo que la capa de trozos fue de 5 cm de alto. La cesta con pulpa en trozos se colocó después en una cámara de secado y se secó. El secado de la pulpa en trozos en la cámara de secado se realizó con el aire caliente a 90 °C y 50% Rh. Se hizo circular el aire caliente dentro de la cámara de secado y la temperatura y la Rh se controlaron automáticamente. El aire caliente se sopló desde la cara inferior de la cámara de secado, pasando a través de la cesta y los trozos de pulpa/PLA húmedos. El secado siguió su curso hasta que el contenido de humedad de la mezcla pulpa/PLA se redujo a 10%. Después del secado, se desintegró en el agua la mezcla pulpa/PLA hasta una consistencia de 4%, y se produjeron las láminas de papel húmedo en el formador de láminas Finnish según el procedimiento estándar descrito en SCAN-CM 26:99. El peso base de las láminas de papel producidas con dimensión 16,5x16,5 cm fue 100 g/m². Las láminas de papel húmedas se presaron entre dos papeles secantes hasta un contenido de sólidos de aproximadamente 40-50% dependiendo del refinado y el hinchamiento. Las láminas de papel presadas se secaron sujetas a 23°C y 50% Rh 48 horas, y después de eso se prepararon para el prensado en caliente. Antes del prensado en caliente, las láminas de papel se secaron 15 minutos en una estufa a 105°C. Después de este secado, las láminas se presaron en 7 minutos en una prensa de planos a una temperatura de 180°C y una presión de 200 N/cm². Las láminas de papel "activadas" con PLA fundido se enfriaron y se dejaron en un testlab a 23°C y 50% Rh hasta que se analizaron.

55 Molino de papel:

Se usaron fibras de PLA de 4 mm secas y se diluyeron en agua, donde se produjo una suspensión al 4% de fibras

de PLA. De manera similar, se produjo la suspensión de pulpa al 4% de una pulpa de celulosa nunca secada.

Las suspensiones se mezclaron en un mezclador y se les retiró el agua por centrifugación. La mezcla húmeda entera se transformó primero para formar trozos de aproximadamente 1 cm de ancho que se almacenaron en una cesta de secado grande de tal modo que la capa de trozos fue de 5 cm de alto. La cesta con pulpa en trozos se colocó después en una cámara de secado y se secó. El secado de la pulpa en trozos en la cámara de secado se realizó con el aire caliente a 90 °C y 50% Rh. Se hizo circular el aire caliente dentro de la cámara de secado y la temperatura y la Rh se controlaron automáticamente. El aire caliente se sopló desde la cara inferior de la cámara de secado, pasando a través de la cesta y los trozos de pulpa/PLA húmedos. El secado siguió su curso hasta que el contenido de humedad de la mezcla pulpa/PLA se redujo a 10%.

- 5
- 10 Después del secado, se desintegró en el agua la mezcla pulpa/PLA hasta una consistencia de 4%, y la mezcla entera se refinó en el refinador de laboratorio LR 40. El aporte de energía para el refinado fue 100 kWh/t.

- 15 Después del refinado, se diluyó la suspensión PLA/pulpa y se produjeron las láminas de papel húmedas en el formador de láminas Finnish según el procedimiento estándar descrito en SCAN-CM 26:99. El peso base de las láminas de papel producidas con dimensión 16,5x16,5 cm fue 100 g/m². Las láminas de papel húmedas se prensaron entre dos papeles secantes hasta un contenido de sólidos de aproximadamente 40-50% dependiendo del refinado y el hinchamiento. Las láminas de papel prensadas se secaron sujetas a 23°C y 50% Rh 48 horas, y después de eso se prepararon para el prensado en caliente. Antes del prensado en caliente, las láminas de papel se secaron 15 minutos en una estufa a 105°C. Después de este secado, las láminas se prensaron en 7 minutos en una prensa de planos a una temperatura de 180°C y una presión de 200 N/cm². Las láminas de papel "activadas" con PLA fundido se enfriaron y se dejaron en un testlab a 23°C y 50% de Rh hasta que se analizaron.
- 20

El procedimiento a ser usado dependerá de las propiedades deseadas de la lámina de papel. Por ejemplo, cuando se desea una alta resistencia a la humedad, puede usarse el procedimiento de molino de pulpa en combinación con una concentración de PLA de 10% en peso.

- 25 La Figura 6 muestra las propiedades de una lámina de papel fabricada de acuerdo con el Ejemplo 2 descrito en la presente memoria. Se usaron fibras rizadas y no rizadas, respectivamente. Contrariamente a las expectativas, la lámina de papel que comprendía fibras de PLA no rizadas exhibió sustancialmente las mismas propiedades que la lámina de papel que comprendía fibras de PLA no rizadas, es decir, rectas.

Aspectos adicionales

- 30 Se proporciona un primer aspecto adicional dirigido a un procedimiento para fabricar una composición que comprende fibras termoplásticas y fibras de celulosa, en donde dicho procedimiento comprende las etapas de:

- a) refinar una pulpa;
- b) mezclar la pulpa refinada de la etapa a) con fibras termoplásticas no refinadas.

- 35 En aún otro aspecto adicional se proporciona una lámina de papel que comprende la composición definida en la presente memoria y un procedimiento para fabricar dicha lámina de papel. La lámina de papel tiene excelentes propiedades con respecto a formación, índice de desgarro, permeabilidad al aire controlada y formación. La lámina de papel comprende fibras y fibras de PLA secadas a una temperatura por debajo de la temperatura de fusión del PLA. El procedimiento comprende las etapas de:

- i) refinar pulpa;
- ii) suspender fibras de PLA en agua;
- 40 iii) mezclar la pulpa refinada de la etapa i) con una suspensión que comprende las fibras de PLA no refinadas obtenidas de la etapa ii);
- iv) retirar el agua de la composición obtenida de la etapa iii);
- v) secar la composición obtenida de la etapa iv); y
- vi) refinar opcionalmente la composición obtenida de la etapa v).

- 45 La pulpa puede ser una pulpa húmeda o una suspensión de pulpa. Además, dicho procedimiento para fabricar una lámina de papel también puede comprender una etapa adicional en donde la composición obtenida de la etapa v) es convertida en una suspensión añadiendo un disolvente antes de la etapa vi). Después de la etapa vi) la composición se forma como una lámina de papel, se le retira el agua y se seca, la retirada de agua y el secado pueden realizarse usando un alambre de papel. También, las fibras de celulosa pueden estar comprendidas en una pulpa húmeda o una suspensión de pulpa y las fibras de PLA pueden estar revestidas con un revestimiento como se define anteriormente o en lo sucesivo. Opcionalmente, en la etapa iv) y v) la retirada de agua y el secado pueden realizarse usando un alambre de papel. Adicionalmente, las etapas i) a v) pueden realizarse según las etapas a) a f) descritas
- 50

anteriormente.

Una bala que comprende fibras de celulosa puede ser convertida en una suspensión de pulpa añadiendo agua a la composición hasta que se haya obtenido una concentración de 4% en peso de fibras. La suspensión puede ser refinada mediante un refinador, tal como un refinador de cono, el aporte de energía específico puede ser de 60 a 300 kWh/ton, tal como de 90 a 200 kWh/ton, tal como 100 kWh/ton, y la carga de borde específica puede ser 2-50 J/m. Después del refinado, la suspensión de pulpa puede ser mezclada con una suspensión de fibras de PLA. Puede añadirse agua a la composición que comprende fibras de PLA y fibras de celulosa hasta que se haya obtenido una concentración de 2% en peso de fibras. Pueden añadirse aditivos adicionales. La composición que comprende fibras de PLA y fibras de celulosa puede ser refinada opcionalmente una vez más antes de la formación. La formación puede realizarse usando un alambre de planos. Puede retirarse el agua a la composición. Después de la formación, la composición puede ser transferida a una tela de prensa y el prensado de la lámina de papel puede realizarse usando p.ej. dos rodillos de prensado o una prensa de zapatas, en donde el contenido de sólidos puede ser aumentado de 20 a 50%. Después del prensado, la lámina de papel puede ser transferida a un alambre de secado y la retirada de agua puede realizarse usando cilindros de secado calentados que tienen una temperatura de 120 a 150°C.

La lámina de papel obtenida por el método para fabricar una lámina de papel definido anteriormente o en lo sucesivo puede tener una permeabilidad al aire de 30 a 1.400 $\mu\text{m}^2/\text{Pas}$ y un plegado de 2,0 a 3,3 y un índice de desgarro de 24-40 mNm^2/g y una formación de 4,9 a 10.

En aún otro aspecto adicional de la invención se proporciona un procedimiento para fabricar una composición que comprende fibras de celulosa y fibras termoplásticas definida anteriormente o en lo sucesivo, que comprende las etapas de:

- a) proporcionar una suspensión que comprende fibras termoplásticas no refinadas; dicha suspensión puede tener una concentración de 2 a 5% en peso, tal como de 3 a 4% en peso, tal como 3,5% en peso;
- b) proporcionar una suspensión de pulpa que comprende las fibras de celulosa; dicha suspensión de pulpa puede tener una concentración de 2 a 5% en peso, tal como de 3 a 4% en peso, tal como 3,5% en peso;
- c) refinar la suspensión de pulpa que comprende las fibras de celulosa;
- d) mezclar la suspensión de pulpa refinada de la etapa c) con la suspensión que comprende las fibras termoplásticas no refinadas de la etapa a);
- e) retirar el agua de la composición obtenida de la etapa d); y
- f) secar la composición obtenida de e).

Adicionalmente, dicho procedimiento también puede comprender la etapa de formar la composición hasta una lámina o una bala, etapa que puede realizarse después de la etapa e) o después de la etapa f). Además, las fibras termoplásticas pueden estar revestidas con un revestimiento como se define anteriormente o en lo sucesivo y las fibras termoplásticas pueden ser fibras de PLA.

Por tanto, el presente procedimiento descrito anteriormente o en lo sucesivo proporcionará composiciones que, cuando son convertidas en suspensiones que comprenden fibras termoplásticas y fibras de celulosa, proporcionarán menos flóculos y de este modo mejores propiedades en dichas suspensiones y en productos obtenidos a partir de dicha composición o dichas suspensiones.

Pueden añadirse aditivos tales como pigmentos orgánicos o inorgánicos, aglutinantes, agentes de retención, agentes de floculación, adhesivos y/o agentes de fijación al material compuesto descrito en la presente memoria.

En aún otro aspecto adicional de la invención se proporciona una composición que comprende fibras de celulosa y fibras de polilactida (PLA), en donde dichas fibras de polilactida están revestidas con un revestimiento que comprende un polímero no iónico y/o un polímero aniónico y/o un polímero catiónico y/o un lubricante.

La composición que comprende fibras de celulosa y fibras de polilactida según la composición del aspecto adicional descrito anteriormente, en donde dicho revestimiento comprende un polímero no iónico y/o un polímero aniónico y/o un lubricante.

La composición que comprende fibras de celulosa y fibras de polilactida según la composición del aspecto adicional descrito anteriormente, en donde dicho revestimiento comprende un polímero no iónico y un polímero aniónico y un lubricante.

La composición que comprende fibras de celulosa y fibras de polilactida según la composición de uno cualquiera de los aspectos adicionales anteriores, en donde las fibras de polilactida tienen una longitud de 2 a 6 mm.

La composición que comprende fibras de celulosa y fibras de polilactida según la composición de uno cualquiera de

los aspectos adicionales anteriores, en donde las fibras de celulosa tienen una longitud de 0,5 a 4 mm.

La composición que comprende fibras de celulosa y fibras de polilactida según la composición de uno cualquiera de los aspectos adicionales anteriores, en donde dicho polímero no iónico es un tensioactivo no iónico, dicho polímero aniónico es un tensioactivo aniónico y dicho lubricante es una cera.

- 5 La composición que comprende fibras de celulosa y fibras de polilactida según la composición de uno cualquiera de los aspectos adicionales anteriores, en donde las fibras de polilactida tienen un ángulo de rizo que es 98° o más.

Se apreciará que la invención no está limitada por las realizaciones descritas anteriormente, y las modificaciones adicionales de la invención dentro del alcance de las reivindicaciones serían evidentes para un experto en la técnica.

La presente invención se ilustra adicionalmente por los siguientes ejemplos no limitantes.

10 **Ejemplos**

Abreviaturas:

kg	kilogramo
m ³	metro cúbico
OG	Número de mezcla
rpm	revoluciones por minuto
H ₂ SO ₄	ácido sulfúrico
kWh	kilowatio hora
mm	milímetro
J/m	julios/metro
VPD	prensa de retirada de agua
LDPE	polietileno de baja densidad
LLDPE	polietileno lineal de baja densidad
MDPE	polietileno de densidad media
HDPE	polietileno de alta densidad
TEA	adsorción de energía de tracción
TSI	índice de rigidez a la tracción
Nm/g	Newton metro por gramo
mNm ² /g	miliNewton metro cuadrado por gramo
µm/Pas	micrómetro por Pascal segundo
kPa	kilopascal
kJ/kg	kiloJulio por kilogramo
MNm/kg	megaNewton metro por kilogramo
Log10	logaritmo decimal
dtex	densidad de masa lineal de una fibra textil, que se define como la masa en gramos por 10.000 metros
CTMP	Pulpa qumio-termo-pecánica
TMP	pulpa termomecánica
Rh	humedad relativa

RH humedad relativa

Ejemplo 1 - Fabricación de una composición

Suspensión de fibras de PLA

Se adquirieron fibras de PLA denominadas Trevira D260 en Trevira GmbH, Hattersheim, Alemania.

5 Se suspendieron fibras de PLA secas en un recipiente para suspensión con un volumen de 30 m³. Se añadió agua que tenía una temperatura de 50°C al recipiente, y después se añadieron aproximadamente 660 a 1.200 kg de fibras de PLA revestidas. Se añadió agua adicional que tenía una temperatura de 60°C hasta que la suspensión tuvo una concentración de 3,5% en peso de fibras de PLA revestidas.

10 La mezcla se realizó mediante un impulsor que tenía un número de revoluciones de 43 ± 3 rpm, que corresponde a un número OG de 11 según el modelo de cálculo de STAMO. STAMO es un factor de mezcla usado para describir el efecto del mezclador, y se calcula usando el número Re (es decir, número de Reynolds), el tamaño, forma y velocidad del mezclador. En este ejemplo, Re es aproximadamente 3 millones. OG es una medida de la turbulencia, y este número depende del ángulo de las cuchillas del deflector, la velocidad de rotación (rpm), el tamaño del recipiente, el tamaño del impulsor, las propiedades de la suspensión.

15 Después de mezclar hasta que la suspensión se dispersó homogéneamente durante aproximadamente 15 minutos, la suspensión de PLA se bombeó hacia un tanque de almacenamiento de 60 m³, en donde se realizó la mezcla usando cuatro impulsores instalados sobre un eje vertical que giraba a 43 ± 3 rpm, que corresponde al número OG de 12,4 según el modelo de cálculo de STAMO. La suspensión de PLA se mantuvo en el tanque de almacenamiento durante un tiempo corto, hasta 1 hora.

20 Suspensión de fibras celulósicas

25 Se añadieron fibras celulósicas en la forma de una suspensión de pulpa a un recipiente, y se añadió agua hasta que la concentración de la suspensión fue 3,5 ± 2%. El pH se ajustó de pH 8 a pH 4,8 con H₂SO₄ diluido. La suspensión de pulpa se bombeó desde el recipiente hasta un tamiz de desgaste, en donde la pulpa aceptada pasó a una jaula de desgaste de 0,18 mm. La suspensión de pulpa cribada se transfirió después a un refinador de cono, en donde la pulpa se refinó hasta 100 kWh/ton con un equipo de refinado equipado con barra de 4 mm, anchura de ranura 5 mm, longitud de corte 4,62 mm y un ángulo de barra de 60°. La carga de borde específica fue 4,3 J/m a 600 rpm. La temperatura de refinado fue 60-90° C. Después del refinado, la suspensión de pulpa obtenida se almacenó en un recipiente de compensación antes de ser mezclada con la suspensión de PLA.

Fabricación de la composición

30 La suspensión de fibras de PLA se transportó en una tubería y se añadió a la suspensión de pulpa celulósica antes de la bomba de mezcla. Desde aquí, la composición obtenida se bombeó hacia la prensa de retirada de agua VPD. La composición comprendía 30 ± 3% de fibras de PLA.

Retirada de agua:

35 Se usó una prensa VPD para retirar el agua de la composición de fibras de pulpa/PLA por medio del recipiente de carga sobre la cara inferior, y la retirada de agua se realizó en el pellizco entre dos rodillos en rotación. Los rodillos eran huecos y funcionaban como filtros mecánicos en donde el agua pasaba dentro del rodillo mientras una pasta de fibras quedaba sobre la superficie del rodillo. La pasta de fibras obtenida se retiró del rodillo por raspado y se transportó al ventilador húmedo y se sopló hacia el secador de copos.

El contenido seco de los copos fue aproximadamente 55 ± 5%.

40 Secado:

El secado se realizó en varias etapas usando un secador rápido y aire caliente (150°C). El contenido seco de la composición después del secado fue aproximadamente 88,5 ± 1%.

Compresión:

45 Después de que se hubo realizado el secado, la composición se transfirió como composición fluidizada a una prensa de formación de balas. La temperatura fue 30 ± 3°C. Se determinó el peso de la composición obtenida, y dependió de cuántas capas de composición prensada se usaron y de la rotación del alimentador de barrena.

Ejemplo 2 - Fabricación de una lámina de papel

Se lavó pulpa kraft de madera blanda nunca secada y se refinó en un refinador de disco Voith LR40 a una concentración de 4% en peso. La energía de refinado específica fue variada de 0 a 150 kWh/ton y la carga borde

- específica fue 2 J/m. Después del refinado, la suspensión de pulpa se mezcló con una suspensión acuosa de fibras de PLA que tenían un contenido de PLA de 0 a 50% en peso (0 significa que la suspensión comprendía fibras celulósicas solamente, y esta muestra se usó como muestra de referencia) y se secó a 90°C y 50% RH hasta que se obtuvo un contenido de sólidos de 90%. Después del secado, se hicieron pequeñas balas de copos comprimiendo la composición seca que comprendía fibras celulósicas y fibras de PLA revestidas en un molde de acero (10x20 cm) que tenía la prensa de 14 toneladas y la última con prensa de 35 toneladas.
- 5 La bala se disolvió en agua y se refinó de nuevo en un refinador de disco Voith LR40 a una concentración de 4% en peso. Antes del refinado, se desintegró la pulpa por circulación durante 10 minutos sin carga. El refinado se ajustó a una energía de refinado específica de 0 a 200 kWh/ton y la carga de borde específica fue 2 J/m.
- 10 Todas las láminas de papel (refinadas por molino de pulpa y molino de papel) se hicieron en un formador de láminas Finnish según ISO 5269-1. Antes de que se produjeran las láminas de papel, la composición que comprendía las fibras celulósicas y fibras de PLA revestidas fue desintegrada en un formador de pulpa a 30.000 rpm a una concentración de 3%. Después de formar la pulpa, la composición se diluyó y se añadió la cantidad apropiada al formador de láminas, en donde se produjeron láminas húmedas (16,5x16,5 cm) que tenían un peso base de 100 g/m².
- 15 Las láminas húmedas se cubrieron y se retiraron del alambre de papel. Después de la formación, las láminas húmedas se prensaron en dos rondas de 400 kPa (5,2 y 2,2 minutos) entre papeles secantes que fueron cambiados por papeles secantes secos entre los prensados. El contenido de sólidos de la lámina de papel húmeda después del prensado varió, y fue de 50 a 60% en peso. Estas láminas de papel se secaron durante al menos 3 días en una sala acondicionada a 23 °C y 50% RH.
- 20 Las láminas de papel secas se usaron para el ensayo físico.
- El ensayo físico se realizó según procedimientos estándar para ensayos del papel. El grosor se determinó según el estándar EN20534. Las medidas se llevaron a cabo con un micrómetro de precisión con una presión estática de 100 kPa y sobre una superficie de 200 mm². Con estos datos y el peso de la muestra se calculó la densidad superficial y el gramaje del papel. La resistencia al desgarro se hizo con un medidor Lorentzen & Wettre de acuerdo con el método estándar EN 21 974, que usó muestras de 62x40 mm. La resistencia a la tracción (índice de tracción, TSI, TEA, alargamiento a la rotura (estiramiento)) de acuerdo con ISO 1924-3, dentro de tiras de papel de 15 mm, se analizaron mediante 100 mm/min de velocidad de deformación, y la distancia entre las abrazaderas fue 100 mm. Las medidas de resistencia a la humedad se hicieron según EN 12625-5 con 10 tiras y un medidor de tracción Roel Zwick. El empapamiento de las muestras se realizó durante 15 s, el alargamiento fue 50 mm/min y la distancia entre la abrazadera y la varilla fue 50 mm. La permeabilidad al aire se determinó de acuerdo con ISO 5636-5 (Gurly). El valor de retención de agua WRV se midió según SCAN-C 62:00, en donde 2 g de pulpa completamente seca se centrifugaron durante 10 minutos en 10.000 rpm. La resistencia Z se analizó según SCAN P90. La resistencia al plegado y la resistencia del plegado (Köhler-Molin) se analizaron según ISO 5626:1993 y la formación beta según el FA 11 701.
- 25
- 30

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para fabricar una composición que comprende fibras de pulpa de celulosa y fibras termoplásticas, en donde dicho procedimiento comprende la etapa de:
 - a) mezclar una suspensión de pulpa refinada con una suspensión en agua de fibras termoplásticas no refinadas.
- 5 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde la suspensión de pulpa tiene una concentración de 0,1% en peso a 4% en peso, preferiblemente de 1 a 4% en peso o más preferiblemente de 3 a 4% en peso.
3. Un procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en donde la pulpa de la suspensión de pulpa es pulpa de madera.
4. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la pulpa de la suspensión de pulpa es pulpa de madera nunca secada.
- 10 5. Un procedimiento según la reivindicación 4, en donde la pulpa de madera nunca secada es pulpa de madera blanda nunca secada o pulpa kraft de madera blanda nunca secada.
6. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la suspensión en agua de fibras termoplásticas tiene una concentración de 2 a 5% en peso, preferiblemente de 3 a 4% en peso o más preferiblemente 3,5% en peso.
- 15 7. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde las fibras termoplásticas son fibras de un termoplástico seleccionado del grupo que consiste en poliolefinas, poliésteres, policarbonatos, polivinilos y copolímeros o mezclas de los mismos.
8. Un procedimiento según la reivindicación 7, en donde las poliolefinas se seleccionan de polietileno y polipropileno.
9. Un procedimiento según la reivindicación 7, en donde los poliésteres se seleccionan de polihidroxitirato (PHB) y poli(ácido láctico) (PLA).
- 20 10. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde las fibras termoplásticas son fibras de PLA.
11. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde dicho procedimiento comprende además las etapas de:
 - b) retirar el agua de la composición hasta un artículo compuesto, y
 - c) secar el artículo compuesto.
- 25 12. Una composición obtenible por una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.
13. Un artículo compuesto obtenible por la reivindicación 11.
- 30 14. Uso de un artículo compuesto según la reivindicación 13 para fabricar recipientes, recipientes para alimentos, papel especial, papel tisú, bolsas para té, etiquetas, muebles, papel de seguridad, papel de billetes, tablero de fibras, cartulina, tela, laminados y carteles.

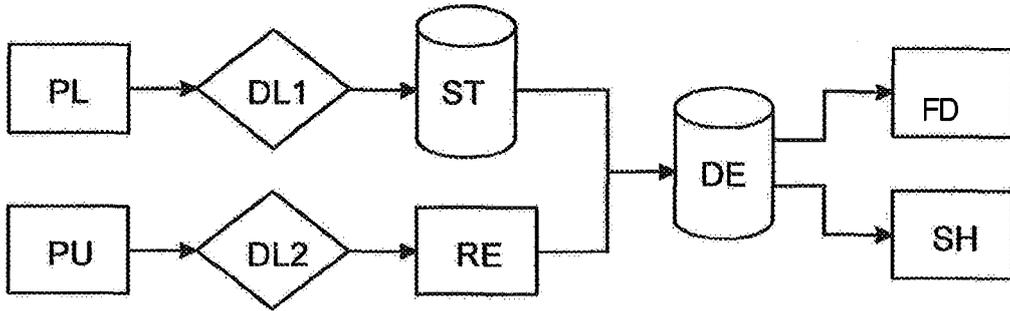


Fig.1

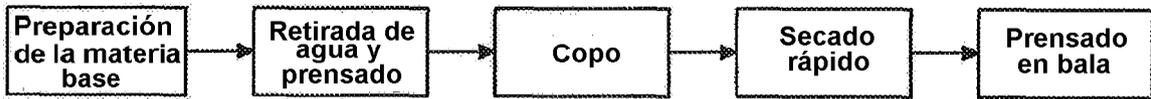


Fig.2

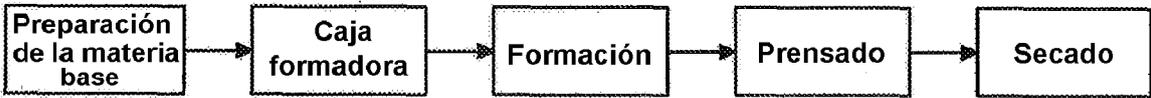


Fig.3

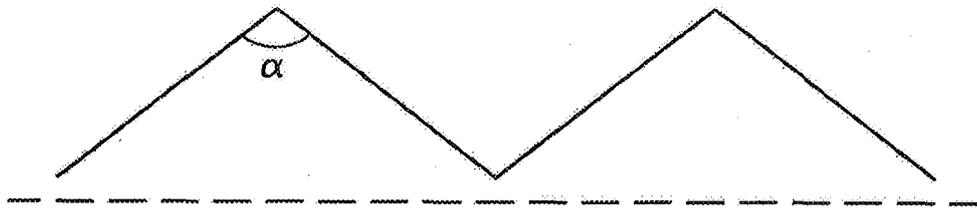


Fig.4

PLA %	Refinado	Densidad kg/m ³	Índice de tracción Nm/g	Índice de desgarro mNm ² /g	Estiramiento %	Permeabilidad al aire μm/Pa s	Resistencia Z kPa	Formación	Resistencia a la humedad Nm/g	TEA kJ/kg	TSI MNm/kg	Plegado log 10
10	Molino de pulpa	605	57	15	5,2	31	775	6,9	10	2100	5,2	2,3
	Molino de papel	660	71	14	4,3	10	735	7,3	2	2150	6,3	3
30	Molino de pulpa	620	59	10	3,7	75	770	8	21	1500	5,5	1,7
	Molino de papel	640	64	9	2,8	15	730	9,5	12	1340	6,3	2,7
50	Molino de pulpa	705	51	5,4	2,7	190	680	9	33	900	4,6	1
	Molino de papel	685	48	5,4	1,6	24	630	11,5	21	500	5,2	2

Fig.5

Muestra	Fibra de PLA	Permeabilidad al aire (μm/Pas)	Densidad (kg/m ³)
1	Rizada	237	385
2	No rizada	212	394

Fig.6