

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 624 956**

51 Int. Cl.:

**D21B 1/12** (2006.01)

**D21B 1/30** (2006.01)

**D21B 1/34** (2006.01)

**D21D 1/38** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.11.2010 PCT/GB2010/051852**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.05.2011 WO11055148**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.11.2010 E 10777090 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.02.2017 EP 2501852**

54 Título: **Procedimiento para el procesamiento de fibras de celulosa**

30 Prioridad:

**05.11.2009 GB 0919422**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**18.07.2017**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
Industrielaan 15  
3925 BN Scherpenzeel Gld, NL**

72 Inventor/es:

**DEAN, TREVOR;  
TARVEDI, KARNIK;  
BAMSTEIDL, ROBERT y  
ACHILLI, LUCA**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 624 956 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 el procesamiento de fibras de celulosa

La invención de acuerdo con la presente invención se refiere a un procedimiento en el campo de la fabricación de papel o cartón.

5 Se conoce el tratamiento de composiciones que comprenden fibras de celulosa en composiciones que comprenden fibras de celulosa desfibriladas para fines de fabricación de papel. Ahora puede usarse de forma económica una composición que comprende fibras de celulosa desfibriladas que se haya obtenido mediante el procedimiento de acuerdo con la invención en la producción de una amplia gama de productos de papel y cartón, por ejemplo, papeles absorbentes, papel prensa, papel de imprenta y escritura, bases de laminación, papeles de embalaje tales como corrugados, protectores y cajas de cartón.

Se conocen desde hace tiempo procedimientos para abrir, romper o desfibrilar fibras de pulpa para obtener fibrilación, área superficial aumentada, accesibilidad aumentada y tamaño de partícula fino. Se usan molinos de bolas para preparar celulosa de varias decenas de micrómetros de dimensión. Estudios han indicado que dicha molienda de bolas rompe los enlaces químicos de la celulosa durante el proceso de división.

15 También se sabe cómo moler celulosa en agua a presión para producir una microcelulosa con un tamaño de partícula inferior a un micrómetro. En el caso de derivados de celulosa también se desvela la molienda en frío de los derivados en nitrógeno líquido en la técnica anterior. La pulverización ultrasónica con un molino de bolas también es un procedimiento conocido de producción de celulosa en un tamaño de partícula extremadamente fino.

20 Las celulosas finamente divididas también se producen en los procedimientos tradicionales usados en la fabricación de fibras vulcanizadas y pulpa de papel. Normalmente, sin embargo, estos procedimientos tradicionales implican el uso de tratamiento químico adicional para las pulpas de celulosa, como por ejemplo hidrólisis ácida, que altera o degrada químicamente las pulpas de celulosa preparadas.

25 En la industria del papel, se sabe que la resistencia del papel está directamente relacionada con la cantidad de batido o refinado que las fibras reciben antes de la formación. Sin embargo, el batido y refinado como se pone en práctica en la industria del papel son procedimientos relativamente ineficaces y se emplean grandes cantidades de energía para conseguir cantidades relativamente pequeñas de fibrilación y apertura de fibra.

30 El documento GB2066145 describe un procedimiento para preparar celulosa microfibrilada, que comprende hacer pasar una suspensión líquida de celulosa fibrosa a través de un orificio en el que la suspensión se somete a una caída de presión de al menos 3000 psi y una acción de cizalladura de alta velocidad seguido de un impacto desacelerante de alta velocidad y repitiendo el paso de dicha suspensión a través del orificio hasta que la suspensión de celulosa se convierte en una suspensión sustancialmente estable. El procedimiento convierte la celulosa en celulosa microfibrilada sin cambio químico sustancial. Un dispositivo particularmente adecuado para llevar a cabo el procedimiento es un homogeneizador de alta presión. La suspensión líquida que comprende celulosa fibrosa preferentemente contiene no más del 10 % en peso de celulosa. El documento EP0402866 describe material microfibrilado que comprende fibras que tienen una variedad de espesores, que tienen un Schopper Riegler de 40 °SR o mayor cuando las fibras se forman en una lámina de filtro. Los materiales se obtienen usando un homogeneizador de alta presión. Por ejemplo, se describe que usando una pelusa refinada (HVE Vackai) como materia prima se obtiene una suspensión del 2 % de celulosa en agua mediante un tratamiento previo, de forma que puede pasar a través de la boquilla del aparato. La suspensión se carga en un homogeneizador de alta presión (Gaulin 15M-8TA) a temperatura normal y se trata a una

40 presión de 500 kg/cm<sup>2</sup> G durante cuatro veces. La suspensión resultante de material microfibrilado se diluye a una concentración del 0,2 %.

45 El documento US 6379594 describe un procedimiento para producir una pieza de trabajo, que comprende proporcionar material en bruto fibroso y que contiene celulosa; añadir agua al material en bruto; cortar finamente el material en bruto en una máquina mediante la molienda continua del material en bruto con un consumo energético total de al menos 0,5 kWh/kg, basado en el peso seco del material en bruto, en una pulpa de microfibra que tiene una superficie de fibra interna aumentada y un grado de entrelazamiento aumentado; formar la pulpa de microfibra para proporcionar un cuerpo conformado; y secar el cuerpo retirando el agua del mismo para endurecer y formar una pieza de trabajo, sin mezclar agentes de enlace con la pulpa de microfibra y sin usar presión externa. De esta forma se genera una pulpa de microfibra moldeable con longitudes de fibra y tamaños fibrilares muy diferentes, cuya pulpa tiene la característica de endurecerse para formar un material de fibra deformable posteriormente con alta densidad (hasta una gravedad específica de 1,5) y resistencia sin la mezcla de adhesivos o aditivos químicos y sin el uso de presión, a través del secado y la contracción asociada. Los ejemplos desvelan que los materiales que contienen celulosa usados en el procedimiento se recogen en soluciones acuosas con una sustancia seca de entre el 5 y 8 % en peso.

55 El documento DE 2916754 desvela un procedimiento para el tratamiento de una composición que comprende fibras de celulosa en una composición que comprende microfibras de celulosa comprendiendo el procedimiento las etapas de: a) proporcionar una composición que comprenda fibras de celulosa; b) mezclar disolvente acuoso con dicha composición que comprende fibras de celulosa para proporcionar una suspensión de pulpa que comprenda fibras de

celulosa; c) alimentar dicha suspensión de pulpa que comprende fibras de celulosa en una etapa de refinado que comprende un procedimiento de fibrilación mecánica que se ejecuta usando un doble tornillo de sentido de vuelta opuesta de refinado; d) refinar dicha suspensión de pulpa para proporcionar una composición que comprenda microfibras de celulosa; y en el que dicha composición obtenida que comprende fibras de celulosa refinadas al final de la etapa d) puede formarse en una gama de papeles o cartones.

Sin embargo, los procedimientos anteriores tienen únicamente una aplicación limitada, ya que los materiales obtenidos tienen la desventaja de requerir una gran aportación de energía para ser eficientes, una consistencia relativamente baja (3 - 15 % es habitual) y un tiempo de procesamiento significativo si se requieren valores SR superiores a 50°. Por lo tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento más económico y respetuoso con el medio ambiente para proporcionar composiciones que comprendan fibras de celulosa refinadas, por ejemplo comparables a las descritas en el documento US 6379594.

La presente invención se refiere a un procedimiento y aparato para la fabricación de papel, en el que se incluye el refinado de fibras de celulosa, logrado a través de pases únicos o múltiples de una suspensión de fibra de celulosa procesada previamente en agua (término en la fabricación de papel 'materia prima') con un intervalo de consistencia de material sólido preferente del 35 - 60 % a través del aparato de procesamiento.

También puede apreciarse la diferencia entre la reducción a pulpa y la desfibrilación. En la reducción a pulpa se retira la lignina de los materiales lignocelulósicos para hacer que las fibras sean adecuadas para la fabricación de papel y cartón. En la desfibrilación, el objetivo es levantar un mechón de fibrillas individuales que forman la superficie o pared externa de la fibra mientras que, a la vez, se intenta mantener tanto el estado del interior de la fibra como la longitud de la fibra.

Se conocen procedimientos y aparatos para la fabricación de papel y se han usado como se ha indicado anteriormente durante muchos años. Sin embargo, la industria de la fabricación de papel ha sido, convencionalmente, una industria relativamente lenta en términos de nuevos avances. Parte del procedimiento de fabricación de papel como ya se ha descrito requiere la fibrilación de fibras para levantar o despegar las fibrillas del cuerpo principal de, típicamente, las fibras de celulosa, aumentando de este modo el área eficaz de enlace promoviendo de este modo un mayor enlazamiento entre las fibras de celulosa y, por lo tanto, permitiendo la formación del papel una vez mojado y secado. Originalmente, el procedimiento se llevaba a cabo batiendo las fibras a mano o en un molino de presión movido por agua para favorecer el enlazamiento posterior de las fibras. Posteriormente, se usaba una máquina conocida como batidora Hollander en lugar de trabajo manual. Sin embargo, incluso este aparato era lento y posteriormente se han usado aparatos de refinado entre los que se incluyen placas rotatorias con barras, que funcionan a una velocidad más rápida que el aparato anterior pero tienen la desventaja de que tienen que hacerse funcionar con suspensiones relativamente diluidas de las fibras, lo que significa que posteriormente es necesario manejar una gran cantidad de líquido en esta etapa de refinado. Esto, a su vez, significa que se requiere la operación del aparato durante un periodo de tiempo mayor y por lo tanto un uso de energía mayor. A su vez, esto ha ocasionado que los costes implicados en la fabricación de papel hayan aumentado hasta tal punto que en ciertos países en los que la energía es cara, la fabricación de papel haya cesado casi por completo y hace que el papel se importe de países en los que la energía que se requiere en el procesamiento de fabricación resulta más barata.

El propósito de la presente invención es, por lo tanto, proporcionar un procedimiento que permita que se fabrique un material que pueda proporcionarse para un uso posterior, tal como para papel de calidad, o como un agente de unión mientras, a la vez, se reduzca el líquido necesario que se va a usar en la suspensión y, a su vez, reducir la necesidad de uso de energía en el procedimiento de refinado (o batido).

La invención se refiere a un procedimiento que tiene las etapas como se definen en la reivindicación 1.

En una realización se selecciona el papel particular de una amplia gama de papeles y cartones y la mezcla de disolvente de fibra se selecciona de forma acorde.

El refinado o batido es la acción mecánica que causa la desfibrilación. Este tratamiento de dicha suspensión de pulpa que comprende fibras de celulosa mediante dicho doble tornillo de refinado (con consumos de energía como se muestra en los ejemplos) proporciona una composición que comprende fibras de celulosa refinadas; y en el que dicha composición obtenida que comprende fibras de celulosa refinadas al final de la etapa de refinado tiene un valor Schopper-Riegler determinado con aportación de energía/costes energéticos inferiores en comparación con los procedimientos descritos en la técnica.

En el contexto de la presente invención, "materiales que comprenden fibras de celulosa" comprende cualquier material adecuado, por ejemplo, y sin limitación, papel, papel reciclado, y fuentes de fibra lignocelulósica entre las que se incluye, pero sin limitación, pulpa fabricada a partir de maderas duras y maderas blandas, pelusas de algodón, tallos de cáñamo, tallos de lino, paja de cereales (trigo, cebada, centeno, avena y arroz, abacá, bagazo, bambú, desechos de madera y desechos de algodón). Como se entenderá por el experto en la materia, la presencia de fibras y fibrillas asociadas es una parte esencial de cualquier material adecuado.

Se entenderá por el experto en la materia que dichos materiales pueden tratarse previamente antes de aplicarse en el procedimiento de acuerdo con la invención. Tal tratamiento previo puede incluir la retirada de materiales tóxicos o

indeseados, troceado, molienda de martillo o sujeción del material, lavado y tratamientos químicos bien de forma individual o combinaciones de los mismos.

5 Por ejemplo, el tratamiento previo puede comprender el uso de una trituradora de papel con un molino de martillo intercambiable ligado a una separación de material (madera, metal, piedras, plástico, etc.) ajeno (contrario) y un sistema de limpieza, que incluye la retirada de polvo (todo conocido por el experto en la materia).

En una etapa siguiente del procedimiento, la composición que comprende fibras de celulosa (y preferentemente mientras se somete a la desintegración en el sistema de alimentación) se mezcla con una solución acuosa, incluyendo agua del grifo o agua desionizada con o sin la adición de vapor. Dicha mezcla puede por ejemplo realizarse mediante alimentación en seco de la composición que comprende fibras de celulosa en una máquina de doble tornillo.

10 Como se entenderá por el experto en la materia, si es necesario, la solución acuosa puede comprender materiales adicionales, por ejemplo aditivos tal como se describen a continuación (pero sin limitación):

agentes humectantes para acelerar la penetración de agua en la materia prima y/o almidones y material similar usado para modificar las propiedades del producto final.

15 La mezcla con la solución acuosa/líquido puede realizarse mediante cualquier medio conocido por el experto en la materia, aunque preferentemente la preparación de la pulpa se logra mediante la alimentación de la composición que comprende fibras de celulosa a un primer doble tornillo (preferentemente de sentido de vuelta opuesta) que está provisto de un sistema de alimentación de agua (o vapor), preferentemente un sistema de alimentación de agua graduado. En el doble tornillo, el líquido y la composición que comprende fibras de celulosa se procesan hasta dar un grumo adecuado para suministrarse a la siguiente etapa de refinado. Preferentemente, el doble tornillo de sentido de vuelta opuesta empleado en la etapa de alimentación del procedimiento se provee de una entrada de agua y/o vapor con el objetivo de reblandecer (lubricar) las fibras, minimizando de este modo el daño en las fibras.

20 En general, para el tratamiento de fibras y procedimientos de refinado puede usarse un aparato de doble tornillo corrotatorio a una velocidad de 250 rpm y a una temperatura establecida de 50 °C aproximadamente, pero esta temperatura y velocidad de tornillo pueden variarse según las fibras que se están tratando, dependiendo de la velocidad de adición de líquido y la necesidad. La consistencia de la pulpa puede variar desde el 10 al 80 % y más típicamente el 35-60 % en contenido de sólidos, lo que es ventajoso en comparación con los procedimientos descritos en la técnica, en los que se ha informado del uso de consistencias muy inferiores en procedimientos tradicionales para preparar fibras de celulosa refinadas con, por ejemplo, las industrias de fabricación de pulpa, papel y cartón.

30 De acuerdo con la invención, la suspensión de pulpa proporcionada en la etapa b) se proporciona con una consistencia de al menos el 30 %; y preferentemente entre e incluyendo el 40 % y 60 %. Se elige el valor de consistencia para dar a la fibra las características requeridas para el producto final.

35 Se ha encontrado de forma sorprendente que proporcionando una suspensión de pulpa con una consistencia de al menos el 30 %, y preferentemente entre e incluyendo el 40 % y 60%, el procedimiento de acuerdo con la invención puede realizarse de forma muy económica, reduciendo el requisito de energía en la producción del material así como reduciendo el tiempo de procesamiento y reduciendo la cantidad de agua de procesamiento.

Se observa que esto contrasta mucho con los procedimientos conocidos en la técnica. Por ejemplo, el documento US6379594 describe el uso de materiales que contienen celulosa en el procedimiento descrito en ese documento, recogidos en soluciones acuosas con una sustancia seca entre el 5 y 8 % en peso.

40 En una etapa siguiente del procedimiento de acuerdo con la invención, la suspensión de pulpa obtenida que comprende fibras de celulosa se suministra a una etapa de refinado que comprende un procedimiento mecánico de desfibrilación que se ejecuta usando un doble tornillo de refinado y refinando dicha suspensión de pulpa que comprende fibras de celulosa con al menos el uso de dicho doble tornillo de refinado, para proporcionar una composición que comprenda fibras de celulosa refinadas con propiedades tales como longitud de fibra, grado de refinado (°SR), drenaje y propiedades de enlazamiento.

45 Aunque el experto en la materia entenderá que pueden usarse de forma adecuada diversas configuraciones de doble tornillo en el procedimiento de acuerdo con la invención, puede usarse una configuración de doble tornillo como se describe en los ejemplos a continuación.

50 Durante el funcionamiento del doble tornillo, las fibras de celulosa, fabricadas de capas de microfibras denominadas fibrillas, se refinan de forma que las fibrillas se desfibrilan/desenredan parcialmente de la fibra matriz creando por lo tanto un número mayor de sitios de enlace potenciales, favoreciendo de este modo la formación de enlaces de hidrógeno entre las fibras y/o fibrillas. Esta acción es bien conocida como desfibrilación y puede observarse en la microfotografía en la figura 1 y la figura 2.

55 Además, se ha encontrado que mediante el uso de un doble tornillo pueden usarse de forma ventajosa materiales de mayor consistencia que los indicados en la técnica, tal como se describe en el presente documento. Además, existe una reducción significante en el tiempo de procesamiento en comparación con, por ejemplo, el procedimiento descrito

en el documento US 6379594 (de horas a minutos cuando se habla del tiempo necesario para obtener cantidades iguales de una composición que comprende microfibras), así como una reducción en el consumo de energía.

5 El experto en la materia entenderá que basándose en la enseñanza desvelada en el presente documento; será capaz de determinar los parámetros operativos adecuados para obtener una composición que comprenda una mezcla elegida de fibras de celulosa refinadas con una gama de características adecuadas para el producto final deseado en particular.

10 El material obtenido así puede usarse de forma adecuada en etapas posteriores del procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de, pero sin limitación, procedimientos para formar papel y cartón, puede convertirse en un componente en materiales híbridos, puede moldearse en formas para el embalaje (cajas para huevos, bandejas de fruta, embalaje de equipo electrónico delicado, etc.) Por lo tanto, entre los usos finales industriales típicos se incluyen; pero sin limitación, fabricación de papel y cartón, membranas de filtro flexibles, productos de cartón interior (laminados decorativos e industriales), industria automovilística (papel de filtro de aceite), iluminación (pantalla de lámina apergaminada), bienes de consumo desechables (papel higiénico y facial, toallitas domésticas e industriales), cajas y embalajes.

15 En otra realización preferente se dispone que la composición que comprende fibras de celulosa refinadas tiene un valor Schopper-Riegler (SR), preferentemente medido de acuerdo con el procedimiento descrito en detalle en el ejemplo 2, de entre 18 y 75°, dependiendo de los requisitos del producto final.

20 Mediante el procedimiento y uso del aparato de acuerdo con la invención ahora es posible proporcionar una gama de pulpas de fabricación de papel y cartón y la fabricación de material de agentes de enlace de una forma que es tanto económica como medioambientalmente ventajosa y también ahorra tiempo.

25 La operación de refinado tradicional en las industrias de papel y cartón se lleva a cabo en el intervalo de consistencia de 4-8 %, lo que significa que deben bombearse grandes cantidades de agua alrededor del sistema de refinado de molino. Para aplicaciones de fibra especiales, el refinado se lleva a cabo hasta un 35 % de consistencia pero aquí es donde se necesitan características de fibra especiales para sack kraft, es decir, se les da una vuelta a las fibras, lo que aumenta las propiedades de estiramiento del papel final. El doble tornillo refina más eficientemente por encima del 35 % de consistencia y el procedimiento desfibra las fibras como se requiere por los fabricantes de papel y cartón para promover el enlace de fibra a fibra en lugar de únicamente darles una vuelta.

La cantidad reducida de agua usada también es un beneficio en países en los que el suministro de agua es limitado.

30 Es posible modificar la fibra mientras se refina mediante la adición de agentes químicos, ya que la cantidad de líquido usado es relativamente baja.

En una realización de la invención se proporciona un procedimiento y un aparato mediante el cual pueden procesarse (desfibrilarse) materiales lignocelulósicos de forma eficiente usando un sistema transportador de doble tornillo con un contenido de sólidos de entre el 50 y 60 % para proporcionar un material que tenga un valor Schopper-Riegler situado entre 35 y 75°.

35 En una realización, este material procesado puede usarse posteriormente para formar un producto terminado o, como alternativa, puede usarse como agente de unión o enlace proporcionado como parte de un producto terminado. En una realización, el material procesado se usa para unir material lignocelulósico finamente dividido y sin procesar, y formarse en un artículo terminado tal como cartones planos u objetos tridimensionales como resultado de la aplicación de calor y/o presión a los mismos.

40 En una realización, las proporciones de los materiales lignocelulósicos procesados a sin procesar variaban de 5/95 a 95/5.

En una realización adicional, el material lignocelulósico procesado puede usarse para unir materiales de relleno convencionales tales como talco, carbonato cálcico y/o caolín así como arena fina, vidrio en polvo, carbón en polvo y pigmentos orgánicos e inorgánicos finamente divididos.

45 En esta realización, la relación preferente del material lignocelulósico procesado a pigmento o relleno se proporciona en el intervalo de 70/30 a 30/70.

Ahora se describen realizaciones específicas de la invención con referencia a los dibujos adjuntos; en los que

la figura 1 ilustra una imagen MEB de fibras de cáñamo, desfibriladas hasta un alto grado

la figura 2 ilustra una imagen MEB de fibras de cáñamo, desfibriladas hasta un alto grado y

50 la figura 3 ilustra el SR y la curva de densidad de material de papel de desecho blanco refinado con doble tornillo en co-rotación. Este material altamente refinado tiene un "amplio" intervalo de SR de entre 60 y 90 SR y un "amplio" intervalo de densidad de entre 850 y 1450 kgm<sup>-3</sup>. Los puntos cuadrados se refieren al gráfico de Schopper Reigler

y los puntos triangulares se refieren al gráfico de densidad.

El siguiente procedimiento describe cómo la prueba de Schopper-Riegler (SR) se realiza en suspensiones de pasta de pulpa. Para el fin de los experimentos descritos en el presente documento, la suspensión de pasta de pulpa se logra mediante la adición de una cantidad específica de agua del grifo al material refinado que sale del aparato de doble tornillo en co-rotación. Los detalles de la preparación de la suspensión de pasta de pulpa se describen en la sección del procedimiento de prueba a continuación. La prueba mide la velocidad de drenaje de agua de las fibras de pulpa en condiciones normalizadas. Esto proporciona una indicación del grado de fibrilación (deshilachado) e hidratación (absorción de agua) de las fibras. Más suspensiones de pulpa batida se desfibrilan e hidratan más y el agua drena más lentamente; el valor de SR es mayor.

## 10 Aparato

Aparato de ensayo de Schopper-Riegler con 2 cilindros de medición especiales. Los cilindros están calibrados en SR tal que 1000 ml = 0 SR y 0 ml = 100 SR. El aparato Schopper-Riegler [SR] es un equipo normalizado aceptado que se usa en la industria de fabricación de pulpa, papel y cartón e industrias conexas para medir la velocidad de drenaje de una pulpa de fabricación de papel o cartón y, por tanto, el grado de fibrilación e hidratación de las fibras. Los dispositivos SR tienen que construirse en un procedimiento específico de forma que el valor de las fibras desfibriladas de forma idéntica serán consistentes cuando se midan con cualquier aparato SR calibrado de cualquier marca/fabricación que incluya un cilindro de medición de 1 litro, Mercurio en termómetro de cristal y una Jarra (aproximadamente 1 litro). El aparato Schopper-Riegler se comprobó diariamente antes de su uso del modo siguiente:

1. Colocar los 2 cilindros de medición especiales bajo los orificios traseros del aparato de ensayo Schopper-Riegler.

2. Aclarar el aparato con agua a 20 °C. Asegurar que el cuerpo del aparato está posicionado de forma correcta. Bajar el cono de cierre mediante una manivela. Verter 1 litro de agua del grifo o desionizada en el cuerpo del aparato de ensayo. Si gotea agua del aparato, la posición del cono de cierre debe ajustarse. Desechar el agua, ajustar el cono de cierre y volver a probar.

3. Presionar la palanca de liberación y esperar a que drene todo el agua.

4. Comprobar el número SR que corresponde con el volumen de agua recogida en el cilindro del orificio frontal. Este deber ser 4.

5. Si el valor SR de agua es mayor que 4, limpiar el alambre en el cuerpo a fondo, comprobar la temperatura y el agua usada y volver a probar. El alambre puede limpiarse usando acetona y un cepillo suave, seguido de un aclarado a fondo.

El procedimiento de prueba que se usó fue como sigue, en el que se usaron las siguientes etapas:

1. Calcular el contenido de sólido exacto de la pulpa refinada con el doble tornillo en co-rotación a través del Analizador de Humedad Mettler Toledo HG53-P o cualquier otro procedimiento normalizado reconocido para determinar la humedad.

2. Coger el equivalente de 2 gramos secos de pulpa refinada de doble tornillo, añadir 500 ml de agua del grifo, agitar con un agitador magnético y someter a ultrasonidos con la ayuda de un baño de ultrasonidos convencional o desintegrar con la ayuda de un desintegrador de pulpa convencional hasta que se logre la dispersión de fibra completa.

3. Comprobar la temperatura del agua y la suspensión de la pulpa y ajustar a  $20 \pm 0,5^\circ \text{C}$  si fuese necesario, antes de llevar a cabo esta prueba.

4. Posicionar los dos cilindros como se ha descrito anteriormente. Asegurar que el cuerpo está posicionado correctamente y bajar el cono de cierre usando la manivela.

5. Asegurar que la solución de pulpa está bien mezclada y después medir el volumen que se ha calculado en la etapa 2. Diluir a 1000 ml con agua a 20 °C.

6. Mezclar la pasta de pulpa a fondo y verter rápidamente y de forma suave en el cuerpo. Verter la pulpa contra el árbol y laterales del cono de cierre para evitar la formación de un vórtice.

7. Levantar el cono de cierre 5 segundos después de que se haya añadido toda la pulpa, presionando la palanca de liberación.

8. Cuando el agua haya terminado de drenar, agregar el valor SR en el SOP PTS equivalente al volumen de agua recogida del orificio frontal.

9. Retirar el cuerpo del SR y limpiar todas las fibras del alambre. Vaciar y volver a colocar los cilindros.

## ES 2 624 956 T3

10. Repetir la prueba (etapas 1 a 9) con una segunda porción de pulpa.

11. Si las dos lecturas difieren más del 4 % (1 unidad para un valor SR de 25), repetir la medición usando otra porción de pulpa. Se usan los dos valores más aproximados.

5 La media de las dos lecturas se calcula a continuación y se proporciona un informe del valor SR al número entero más cercano.

10 Se proporciona ahora un primer ejemplo de un aspecto de la invención en el que se usa un aparato de doble tornillo y el procedimiento de acuerdo con la invención se realiza con un doble tornillo entrelazante corrotante como el sistema de refinado de doble tornillo. Los ensayos de laboratorio se han llevado a cabo usando un sistema de refinado de doble tornillo el cual es un aparato de doble tornillo convencional, corrotante y entrelazante. El diámetro interno del cilindro es 24 mm. El diámetro externo del tornillo (DE) es de 23,6 mm y el diámetro interno del tornillo (DI) es de 13,3 mm. La distancia interejes es de 18,75 mm. El cabeceo es positivo respecto a la rotación, aunque pueden usarse elementos negativos. El diseño de tornillo es de tipo bilobular. La configuración de este doble tornillo se proporciona en la tabla 1 a continuación. La tabla 1 proporciona el número y tipo de elementos de tornillos de cada tornillo en orden sucesivo desde el lado de entrada - parte superior de la tabla - hasta el lado de salida - parte inferior de la tabla - del tornillo. A partir de esta tabla se deduce que la relación L/D total del tornillo es 40:1 y que el diámetro D de cada elemento del tornillo es 23,6 mm y el diámetro del cilindro es 24 mm. El aparato normalmente [por un experto en la materia] se denomina un extrusor de "24 mm".

**Tabla 1: Configuración del sistema de refinado de doble tornillo.**

Número	Tipo	L/D (relación longitud/diámetro)	Relación acumulativa total
6	1 D TA (Diámetro Tornillo de Alimentación)	6	6
2	60 F	0,5	6,5
1	D/2 60 F	0,5	7
1	D/2 30 F	0,5	7,5
2	D/2 90 A	1	8,5
6	1 D TA	6	14,5
1	D/2 30F	0,5	15
7	30 F	1,75	16,75
7	D/2 60 F	3,5	20,25
9	1 D TA	9	29,25
2	30 F	0,5	29,75
1	D/2 30F	0,5	30,25
6	30 F	1,5	31,75
6	90 A	1,5	33,25
5	1 D TA	5	38,25
1	Alfa Beta D/4	0,25	38,5
1	1,5 D EXT	1,5	40

20 En lo que se refiere a la nomenclatura usada para el tipo de indicaciones en la tabla 1 anterior:

D significa Diámetro; TA significa Tornillo de Alimentación; F significa Avance; A significa Alternante; Alfa-Beta es un elemento de transición entre los elementos bilobulares y la presión final que general el tornillo de descarga unilobular; EXT significa Tornillo de extrusión; D/2 significa la mitad del diámetro; D/4 significa un cuarto del diámetro; los números 1, 1,5 son las relaciones L/D globales de los elementos, 30, 60, 90 son el ángulo en grados entre elementos de mezcla consecutivos.

25

En un ejemplo adicional de la invención se proporciona un procedimiento mediante el cual se describe el uso de energía para refinar una suspensión de material celulósico en agua en una pulpa desfibrilada que tenga una superficie de fibra interna aumentada y un grado de entrelazamiento aumentado.

5 Las tablas a continuación muestran el uso de energía para refinar material fibroso y que contiene celulosa en pulpa de microfibra que tiene una superficie de fibra interna aumentada y un grado de entrelazamiento aumentado, y que tenga propiedades como las que se describe en la descripción detallada anterior.

**Tabla 2: Uso de energía para refinar material fibroso y que contiene celulosa a 75 SR que tiene una superficie de fibra interna aumentada y un grado de entrelazamiento aumentado a través de una tecnología de refinado de doble disco Voith (la tecnología "tradicional").**

Tipo de material fibroso	Uso de energía kWh/kg
Papel blanco reciclado	1 539 kWh/kg (0,520 kWh/kg)
Pulpa de cáñamo blanqueada (Celsea)	1 628 kWh/kg (0,782 kWh/kg)
Pulpa de papel kraft de madera dura (Eucalipto)	1 569 kWh/kg (0,700 kWh/kg)

10 Todos los valores mostrados representan la energía de refinado específica bruta. Los valores de energía NETOS para el refinador de doble disco se muestran entre paréntesis ( ).

**Tabla 3: Uso de energía para refinar material fibroso celulósico a 75 SR que tiene una superficie de fibra interna aumentada y un grado de entrelazamiento aumentado a través de tecnología de doble tornillo.**

Tipo de material fibroso	Uso de energía kWh/kg Refinador de doble tornillo	Uso de energía kWh/kg Refinador de doble disco Voith
Mejor papel blanco reciclado	0,218	1 539 kWh/kg (0,520 kWh/kg)
Papel de desecho de color mezclado	0,218	N/A
Pulpa de papel kraft de madera blanda	0,236	N/A

15 Todos los valores mostrados representan la energía de refinado específica BRUTA. La diferencia entre la energía de refinado específica NETA y BRUTA ha demostrado ser considerablemente mayor en el refinador de disco que en el refinador de doble tornillo en el que dicha diferencia es insignificante. Los valores de energía NETOS para el refinador de doble disco se muestran entre paréntesis ( ).

20 Potencia (en vatios) es igual a VELOCIDAD x PAR. ENERGÍA ESPECÍFICA (mecánica) es potencia dividida entre rendimiento. Mediciones de consumo de potencia: Potencia (en kW) = Par (en Nm mostrado en el aparato de doble tornillo en co-rotación de "23 mm") x VT (velocidad de tornillo) dividido por la máxima VT y par.

25 Como puede observarse en las tablas anteriores, ahora ha sido posible, en comparación con los procedimientos en la técnica anterior, refinar fibras de celulosa en un alto grado de desfibrilación que tengan una superficie de fibra interna aumentada y un grado de entrelazamiento aumentado, y que tengan propiedades como se describen en la descripción detallada anterior, con requisito de energía reducido. Esto permite una producción económicamente más factible y continua de tales materiales de acuerdo con la invención.

30 El siguiente ejemplo describe ahora un procedimiento para preparar composiciones de fibra refinada de acuerdo con la invención y se proporciona una descripción etapa por etapa de cómo un 1 kg de papel blanco reciclado se procesa hasta los niveles de refinado deseado usando un aparato de doble tornillo en co-rotación:

35 1. 1 kg de R12 (mejor papel blanco) se mezcla con una solución acuosa (es decir, agua del grifo) hasta una consistencia del 45 %. La mezcla con la solución acuosa/líquido puede realizarse mediante cualquier medio conocido por el experto en la materia, aunque preferentemente la preparación de la pulpa se logra mediante la alimentación de la composición que comprende fibras de celulosa a un primer doble tornillo que se provee con un sistema de alimentación de agua (o vapor), preferentemente un sistema de alimentación de agua graduado. En el doble tornillo, el líquido y la composición que comprende fibras de celulosa se procesan en una pulpa. Preferentemente se aplica un doble tornillo de sentido de vuelta opuesta en esta etapa del procedimiento para ablandar (lubricar) las fibras, minimizando así el daño en las fibras.

2. El material mezclado se introduce de forma manual en un doble tornillo en co-rotación (las características y



disposición del mismo se han descrito en el ejemplo anterior) a una velocidad de alimentación de 3 kg/hora. El doble tornillo en co-rotación funciona a una velocidad rotacional de 250 rpm y a una temperatura fija de 50 °C.

3. El material "pasado" una vez a través del refinador de doble tornillo en co-rotación se recoge y suministra a través del mismo una segunda vez.

5 4. El material se "pasa" una segunda vez a través del refinador de doble tornillo en co-rotación y el producto resultante se recoge y suministra a través del mismo una tercera y última vez.

5. El nivel de refinado del material refinado con doble tornillo en co-rotación se prueba después de cada pase a través del procedimiento de Schopper-Riegler (SR).

10 En el siguiente ejemplo se proporcionan ejemplos de composiciones de microfibras producidas en un procedimiento que comprende el procedimiento de acuerdo con la invención. Se muestran resultados obtenidos con diversos materiales en la tabla 4 a continuación.

Etapa	Descripción del proceso	Tipo de equipo
1	Preparación de la fibra.	Trituradora de papel con molino de martillo intercambiable adecuado para preparar previamente pulpas de fibra larga (cáñamo, lino, algodón, abacá) y pulpas de secado rápido, ligado a una
	Reducción de fibra bruta y sistema de transporte para preparar la fibra para entrar en el siguiente doble tornillo 1. Si es factible, deben crearse instalaciones de almacenamiento regulador.	separación de material ( <i>madera, metal, piedras, plástico, etc.</i> ) ajeno ( <i>contrario</i> ) y un sistema de limpieza que incluye retirada de polvo.
		Separar línea para tratar con pulpa de lámina seca convencional (por ejemplo, kraft de madera blanda blanqueada, cáñamo blanqueado, madera dura blanqueada) que implica un procedimiento de disgregación seco adecuado.

Etapa	Descripción del proceso	Tipo de equipo
2	Doble tornillo 1. (Sistema de alimentación)	Doble tornillo de rotación de sentido de vuelta opuesta con un sistema de alimentación de agua y/o vapor graduado
	Sistema de reducción de fibras capaz de producir fibra adecuado para la desfibrilación en un segundo doble tornillo.	para ablandar ( <i>lubricar</i> ) fibras durante el periodo de reducción, minimizando así el daño de fibras.
3	Doble tornillo 2. Material de procesamiento producido en etapa 2. Etapa de refinado capaz de crear material que tenga las características como se describen en las reivindicaciones y descripción de pulpa de fibra preparada.	'Refinador' de doble tornillo en co-rotación. Configuración de refinador de doble tornillo como se describe en el presente documento. Velocidad operativa: 250 RPM Temperatura operativa: 50 C. Se muestran a continuación propiedades y características de un número de materiales fibrosos procesados a través de un refinador de doble tornillo.
	En los casos en donde sea adecuado, esta etapa también debe ser capaz de inducir y recoger extractos líquidos de las fibras durante el procesamiento de refinado así como purgar volátiles.	Se proporciona el uso de energía para una selección de materiales fibrosos procesados a través del refinador de doble tornillo en la tabla 2 anterior. Esta unidad de doble tornillo es capaz de aceptar una cantidad medida de agua y/o vapor de baja presión. Es posible calentar el cilindro o, en ciertos casos, enfriarlo. Se prevé que se empleará una temperatura máxima de 150 °C con una instalación de enfriamiento capaz de rebajar la temperatura a ambiente. Es adecuado un intervalo de velocidad de tornillo de 10 a 500 rpm (la velocidad de tornillo del aparato puede alterarse dependiendo de las necesidades de procesamiento).

**Tabla 5: Detalles referentes a ejemplos de material refinado con doble tornillo, obtenido como se describe anteriormente.**

Tipo de fibra	Contenido de sólido (%)	Pase n.º	Valor SR/ <sup>0</sup> SR	Densidad/kgm <sup>-3</sup>
Papel de desecho blanco	45 %	1	73	921
Papel de desecho blanco	45 %	2	81,5	1230
Papel de desecho blanco	45 %	3	82,5	1270
Papel de desecho blanco	45 %	4	69,5	1340
Papel de desecho blanco	45 %	5	56	1330
Papel de color mezclado	45 %	1	65	1170
Papel de color mezclado	45 %	2	71,5	1260
Papel de color mezclado	45 %	3	76	1370
Papel de color mezclado	45 %	4	74	1420
Papel de color mezclado	45 %	5	72	1450
Pulpa de papel kraft de madera blanda	45 %	1	72	1110
Pulpa de papel kraft de madera blanda	45 %	2	78	1130
Pulpa de papel kraft de madera blanda	45 %	3	72	1230

5 Usando una tecnología conocida, a saber, una máquina de extrusión de doble tornillo, en una forma novedosa de desfibrilar (refinar) materias primas celulósicas para producir una gama de papeles, cartones.

10 Haciendo referencia a la figura 3, se ha encontrado en los experimentos con el equipo de refinado de doble tornillo que el grado de Schopper-Riegler empezará a caer tras alcanzar un valor máximo. Este valor máximo dependerá del tipo de material celulósico que se está procesando. Para el fin de los ejemplos proporcionados anteriormente, que abarcan el uso de este equipamiento en la industria de pulpa, papel, cartón e industrias conexas únicamente la parte ascendente de la curva es de interés. Este no es el caso cuando se esté considerando la producción de baldosas, pizarras de pared y material de lámina de alta resistencia y productos similares que quedan fuera del alcance de la presente patente.

15 La reducción en el Schopper-Riegler se piensa que se debe a la formación de restos fibrosos a medida que la acción mecánica destruye progresivamente las fibras. El ejemplo que se muestra en la figura 3 es la 'curva de refinado' para el papel de desecho blanco. La densidad de lámina alcanza un máximo pero no empieza a disminuir en línea con la curva de refinado.

20 El procedimiento proporciona un ahorro de energía y tiempo significativos cuando se compara con procedimientos de desfibrilación tradicionales, por ejemplo, refinadores de disco simple, multidisco o cónicos. Hay mucha menos agua implicada en el procedimiento de refinado con doble tornillo en comparación con procedimientos de refinado o batido tradicionales. El papel o cartón que se forma puede usarse para muchos fines diferentes, tales como, por ejemplo, escritura, impresión, gráficos, para fines de embalaje.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para el tratamiento de una composición que comprende fibras de celulosa en una composición que comprende microfibras de celulosa, comprendiendo el procedimiento las etapas de:

- 5 a) proporcionar una composición que comprende fibras de celulosa;
- b) mezclar disolvente acuoso con dicha composición que comprende fibras de celulosa para proporcionar una suspensión de pulpa que comprende fibras de celulosa;
- c) alimentar dicha suspensión de pulpa que comprende fibras de celulosa a una etapa de refinado (d) que comprende un procedimiento de fibrilación mecánico que se ejecuta usando un doble tornillo en co-rotación de refinado en co-rotación;
- 10 d) refinar dicha suspensión de pulpa que comprende fibras de celulosa con al menos el uso de dicho doble tornillo de refinado, para proporcionar una composición que comprende microfibras de celulosa; y en el que dicha composición obtenida que comprende microfibras de celulosa refinadas al final de la etapa d) pueden formarse en una gama de papeles o cartones,

15 en el que dichas fibras de celulosa se reducen de tamaño en la etapa c), y además en el que la composición que comprende fibras de celulosa refinadas tiene un valor Schopper-Riegler (SR) al abandonar el doble tornillo de refinado de al menos 35 SR, y en el que se proporciona en la etapa b) una suspensión de pulpa con una consistencia de > 35 %.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición que comprende fibras de celulosa refinadas tiene un valor Schopper-Riegler (SR) al abandonar el doble tornillo de refinado de entre 35 y 75 SR.

20 3. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la composición que comprende fibras de celulosa de la etapa a) se selecciona del grupo que consiste en papel, papel de desecho, papel reciclado y pulpas fabricadas de, pero sin limitación, maderas blandas, maderas duras, cáñamo, lino, pelusas de algodón, abacá, desechos de madera, paja de cereales, bagazo y bambú.

4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha composición que comprende fibras de celulosa refinadas se les da una forma bidimensional.

25

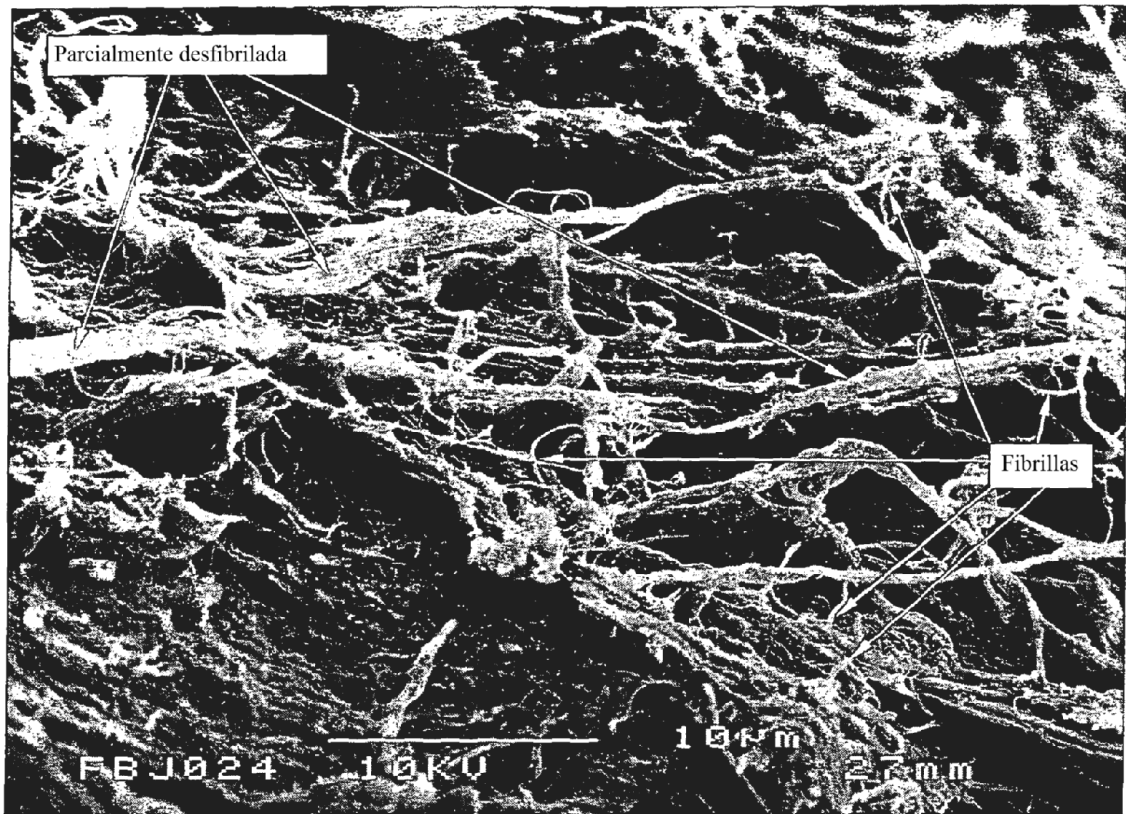


Figura 1.

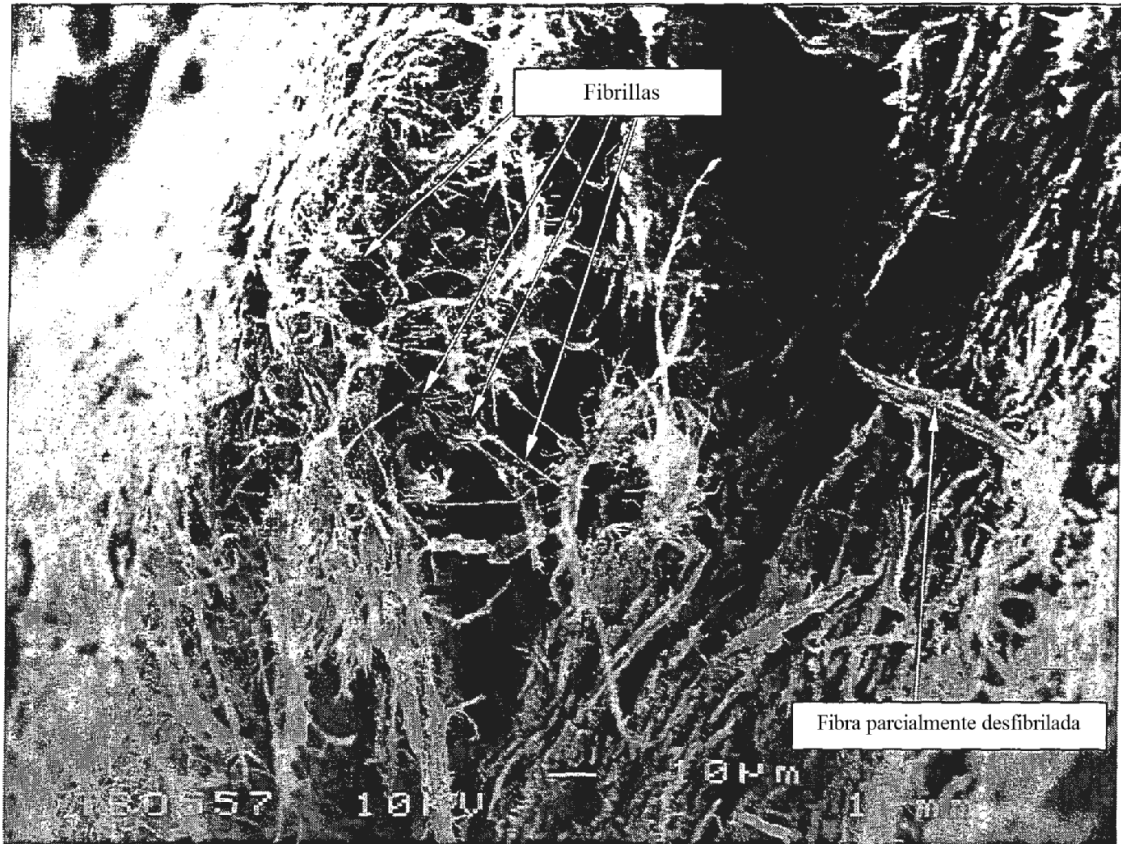


Figura 2:

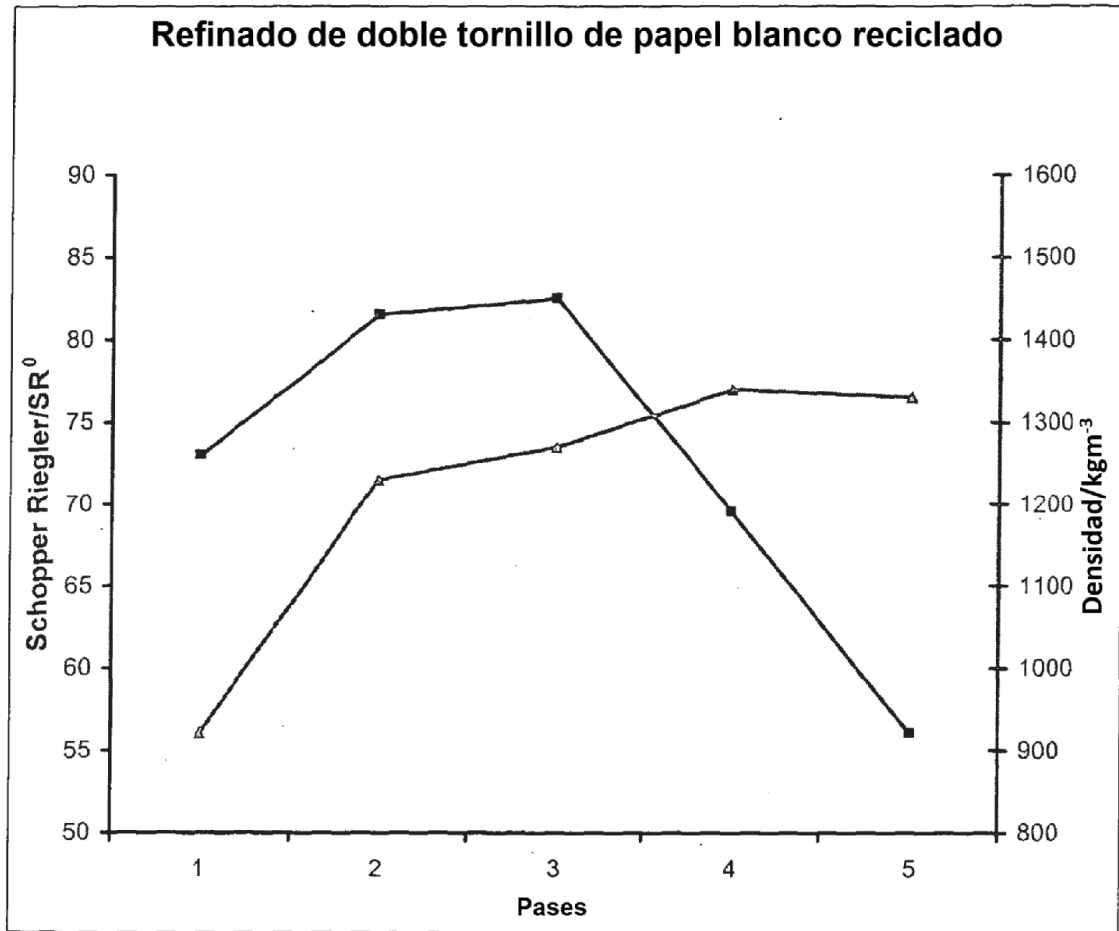


Figura 3: