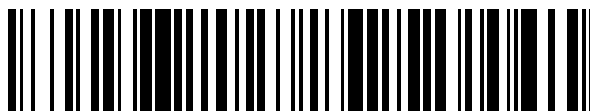


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 641 064**

51 Int. Cl.:

D21H 19/38 (2006.01)

D21H 19/52 (2006.01)

D21H 17/25 (2006.01)

D21H 17/63 (2006.01)

D21H 11/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.11.2011 PCT/GB2011/052181**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.05.2012 WO12066308**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.11.2011 E 11791031 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.08.2017 EP 2640893**

54 Título: **Composiciones**

30 Prioridad:

15.11.2010 GB 201019288

05.08.2011 GB 201113559

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

07.11.2017

73 Titular/es:

FIBERLEAN TECHNOLOGIES LIMITED (100.0%)

Par Moor Centre, Par Moor Road

Par, Cornwall PL24 2SQ, GB

72 Inventor/es:

HUSBAND, JOHN CLAUDE;

SVENDING, PER y

SKUSE, DAVID ROBERT

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 641 064 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

Composiciones

Campo de la invención

La presente invención se refiere a composiciones, tales como papeles cargados y revestidos, que comprenden celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas.

Antecedentes de la invención

Los materiales inorgánicos en partículas, por ejemplo un carbonato de metal alcalinotérreo (p. ej., carbonato de calcio) o caolín, se usan ampliamente en una serie de aplicaciones. Estas incluyen la producción de composiciones que contienen minerales que se pueden usar en la fabricación de papel, revestimiento de papel o producción de materiales compuestos poliméricos. En los productos de papel y poliméricos dichas cargas se añaden típicamente para sustituir una parte de otros componentes más caros del producto de papel o polimérico. Las cargas también se pueden añadir con el objetivo de modificar los requisitos físicos, mecánicos y/u ópticos de los productos de papel y poliméricos. Claramente, cuanto mayor es la cantidad de carga que se puede incluir, mayor es el potencial de ahorro de costes. Sin embargo, la cantidad de carga añadida y el ahorro de coste asociado deben estar equilibrados frente a los requisitos físicos, mecánicos y ópticos del producto de papel o polimérico final. Por lo tanto, hay una necesidad continua de desarrollo de cargas para papel o polímeros que se puedan usar con un nivel de carga alto, sin afectar de forma adversa a los requisitos físicos, mecánicos y/u ópticos de los productos de papel o poliméricos finales. Por lo tanto se necesita continuamente el desarrollo de cargas para papel o polímeros que se puedan usar con un nivel de carga alto sin afectar de forma adversa a los requisitos físicos, mecánicos y/u ópticos de los productos de papel. También se necesita el desarrollo de métodos de preparación de dichas cargas de forma económica.

La presente invención busca proporcionar cargas alternativas y/o mejoradas para productos de papel o poliméricos que se puedan incorporar en el producto de papel o polimérico en niveles de carga relativamente altos manteniendo a la vez, o incluso mejorando, las propiedades físicas, mecánicas y/u ópticas del producto de papel o polimérico. La presente invención también busca proporcionar un método económico para preparar dichas cargas. Así pues, los autores de la presente invención han encontrado sorprendentemente que se puede preparar por métodos económicos una carga que comprende celulosa microfibrilada y un material inorgánico en partículas y se puede cargar en productos de papel o poliméricos en niveles relativamente altos a la vez que se mantienen o incluso mejoran las propiedades físicas, mecánicas y/u ópticas del producto de papel o polimérico final.

Además, la presente invención busca abordar el problema de preparar celulosa microfibrilada de forma económica a una escala industrial. Los métodos actuales de microfibrilación de material celulósico requieren cantidades relativamente altas de energía debido en parte a la viscosidad relativamente alta del material de partida y el producto microfibrilado, y hasta ahora ha resultado difícil conseguir un procedimiento comercialmente viable para preparar celulosa microfibrilada en una escala industrial.

En el documento de la técnica anterior EP2236664A1, se describe la fabricación de celulosa nanofibrilar, que se prepara rompiendo fibras de celulosa en fibrillas primarias.

Resumen de la invención

De acuerdo con un primer aspecto, la presente invención se dirige a un artículo que comprende un producto de papel que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas y uno o más revestimientos funcionales sobre el producto de papel, en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50.

El documento de la técnica anterior mencionado antes EP2236664A1 no describe, ni siquiera se refiere a la preparación de una celulosa microfibrilada coprocesada, sin hablar de celulosa microfibrilada que tenga un sesgo de la fibra de 20 a 50.

De acuerdo con un segundo aspecto, la presente invención se dirige a un producto de papel que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, en donde el producto de papel tiene: i) una primera resistencia a la tracción mayor que una segunda resistencia a la tracción del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; ii) una primera resistencia al desgarro mayor que una segunda resistencia al desgarro del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o iii) una primera resistencia al estallido mayor que una segunda resistencia al estallido del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o iv) un primer coeficiente de dispersión de la luz de la hoja mayor que un segundo coeficiente de dispersión de la luz de la hoja del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o v) una primera porosidad menor que una segunda porosidad del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o vi) una primera resistencia en la dirección z (enlace interno) que una segunda resistencia en la dirección z (enlace interno) del

producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50.

De acuerdo con un tercer aspecto, la presente invención se dirige a un producto de papel revestido, en donde el revestimiento comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, y en donde el producto de papel revestido tiene:

i. un primer brillo mayor que un segundo brillo del producto de papel revestido que comprende una composición de revestimiento desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o ii. una primera rigidez que es mayor que una rigidez del producto de papel revestido que comprende una composición de revestimiento desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o iii. una primera propiedad de barrera que es mejor comparada con una segunda propiedad de barrera del producto de papel revestido que comprende una composición de revestimiento desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50.

De acuerdo con un cuarto aspecto, la presente invención se dirige a una composición de polímero que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50.

De acuerdo con un quinto aspecto, la presente invención se dirige a una composición para la fabricación de papel que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, en donde la composición para la fabricación de papel tiene una primera demanda catiónica menor que una segunda demanda catiónica de la composición para la fabricación de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50.

De acuerdo con un sexto aspecto, la presente invención se dirige a una composición para la fabricación de papel que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, en donde la composición para la fabricación de papel está sustancialmente desprovista de auxiliares de retención, y en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50.

De acuerdo con un séptimo aspecto, la presente invención se dirige a un producto de papel que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, en donde el producto de papel tiene un primer índice de formación menor que un segundo índice de formación del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, y en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50.

Descripción detallada de la invención

Como se usa en la presente memoria, "composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas" se refiere a composiciones producidas por los procedimientos para la microfibrilación de sustratos fibrosos que comprenden celulosa en presencia de un material inorgánico en partículas como se describe en la presente memoria.

Salvo que se exponga otra cosa, "revestimiento funcional" se refiere a un revestimiento o revestimientos aplicados a la superficie de un producto de papel para modificar, potenciar, mejorar y/u optimizar una o más propiedades no gráficas de dicho producto de papel (es decir, propiedades no relacionadas principalmente con las propiedades gráficas del papel). En realizaciones, el revestimiento funcional no es aquel que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. Por ejemplo, el revestimiento funcional puede ser un polímero, un metal, una composición acuosa, una capa de barrera líquida o una capa de electrónica impresa.

Productos de papel

En algunas realizaciones, los productos de papel comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas incorporada en la pasta del papel (p. ej., en la base de papel como una composición de carga). Por ejemplo, los productos de papel pueden comprender al menos aproximadamente 0,5% en peso, al menos aproximadamente 5% en peso, al menos aproximadamente 10% en peso, al menos aproximadamente 15% en peso, al menos aproximadamente 20% en peso, al menos aproximadamente 25% en peso, al menos aproximadamente 30% en peso, o al menos aproximadamente 35% en peso de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, basado en el peso total del producto de papel. En general, los productos de papel comprenderán como máximo aproximadamente 50% en peso, por ejemplo, como máximo aproximadamente 45% en peso, o como máximo aproximadamente 40% en peso de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. En una realización particular, el producto de papel comprende de aproximadamente 25% a aproximadamente 35% en peso de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. El contenido de fibra de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas puede ser al menos

aproximadamente 2% en peso, al menos aproximadamente 3% en peso, al menos aproximadamente 4% en peso, al menos aproximadamente 5% en peso, al menos aproximadamente 6% en peso, al menos aproximadamente 7% en peso, al menos aproximadamente 8% en peso, al menos aproximadamente 10% en peso, al menos aproximadamente 11% en peso, al menos aproximadamente 12% en peso, al menos aproximadamente 13% en peso, al menos aproximadamente 14% en peso o al menos aproximadamente 15% en peso. En general, el contenido de fibra de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas será menos de aproximadamente 25%, por ejemplo, menos de aproximadamente 20% en peso.

Después del coprocesamiento para formar la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, se puede añadir material inorgánico en partículas adicional (p. ej., mediante combinación o mezcla) para reducir el contenido de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas.

En realizaciones particulares, los productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas tienen una porosidad menor comparados con los productos de papel sin (es decir, desprovistos de) la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. Por ejemplo, la porosidad de los productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas puede tener una porosidad aproximadamente 10% menos porosa, aproximadamente 20% menos porosa, aproximadamente 30% menos porosa, aproximadamente 40% menos porosa o aproximadamente 50% menos porosa que una porosidad de los productos de papel desprovistos de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. Dicha reducción en la porosidad puede proporcionar un mejor aguante del revestimiento para los productos de papel revestidos que comprenden celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. Dicha reducción en la porosidad puede permitir una reducción en el peso del revestimiento para los productos de papel revestidos que comprenden celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, sin comprometer las propiedades físicas y/o mecánicas del producto de papel revestido.

En una realización la porosidad se determina usando el medidor de porosidad Bendtsen Modelo 5 de acuerdo con SCAN P21, SCAN P60, BS 4420 y Tappi UM 535.

En otras realizaciones, los productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas tienen una resistencia a la tracción aproximadamente 2% mayor, aproximadamente 5% mayor, aproximadamente 10% mayor, aproximadamente 15% mayor, aproximadamente 20% mayor, o aproximadamente 25% mayor que la resistencia a la tracción de los productos de papel desprovistos de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (es decir, el producto de papel tiene la misma cantidad de carga).

En realizaciones adicionales, los productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas tienen una resistencia al desgarro aproximadamente 2% mayor, aproximadamente 5% mayor, aproximadamente 10% mayor, aproximadamente 15% mayor, aproximadamente 20% mayor, o aproximadamente 25% mayor que la resistencia al desgarro de los productos de papel desprovistos de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., el producto de papel tiene la misma cantidad de carga). Dichos productos de papel fuertes de baja porosidad pueden comprender papeles funcionales tales como juntas, papeles a prueba de grasa, cartón para revestidos para cartón yeso, papel ignífugo, papeles pintados, laminados u otros productos de papel funcionales.

En una realización, la resistencia a la tracción se determina usando el medidor de tracción Testometrics de acuerdo con SCAN P16.

En realizaciones adicionales, los productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas tienen una resistencia en la dirección z (enlace interno) aproximadamente 2% mayor, aproximadamente 5% mayor, aproximadamente 10% mayor, aproximadamente 15% mayor, aproximadamente 20% mayor, o aproximadamente 25% mayor que la resistencia en la dirección z (enlace interno) de los productos de papel desprovistos de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., el producto de papel tiene la misma cantidad de carga).

En una realización, la resistencia en la dirección z (enlace interno) se determina usando un medidor de unión Scott de acuerdo con TAPPI T569.

En algunas realizaciones, los productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas se pueden revestir. Realizaciones particulares de los productos de papel revestido que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, pueden tener un mayor brillo comparado con el producto de papel revestido desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. Por ejemplo, los productos de papel revestidos que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas pueden tener un brillo aproximadamente 5% mayor, aproximadamente 10% mayor, o aproximadamente 20% mayor, que los productos de papel revestido desprovistos de la composición de celulosa

microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas.

En una realización, el brillo se determina de acuerdo con el método TAPPI T 480 om-05 (brillo especular del papel y cartón a 75 grados).

- 5 En otras realizaciones, los productos de papel revestidos que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, pueden tener mejores propiedades de impresión tales como brillo de impresión, rotura, densidad de impresión, velocidad de repelado o porcentaje de puntos perdidos.

- 10 En otras realizaciones, los productos de papel revestidos que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas pueden tener una velocidad de transmisión de vapor húmedo inferior (MVTR, ensayado de acuerdo con una versión modificada de TAPPI T448 usando gel de sílice como el desecante y una humedad relativa de 50%) comparado con el producto de papel revestido desprovisto de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. Por ejemplo, los productos de papel revestidos que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas pueden tener una MVTR aproximadamente 2% menor, aproximadamente 4% menor, aproximadamente 6% menor, aproximadamente 8% menor, aproximadamente 10% menor, aproximadamente 12% menor, aproximadamente 15% menor, o aproximadamente 20% que los productos de papel revestidos desprovistos de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., el producto de papel tiene la misma cantidad de carga).

- 20 En algunas realizaciones, los productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, pueden servir como una base para los revestimientos funcionales tales como revestimientos para envasado de líquidos, revestimientos de barrera y revestimientos para electrónica impresa. Los productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas proporcionan una superficie lisa para aplicar sobre la misma los revestimientos funcionales. Por ejemplo, los productos de papel pueden incluir un revestimiento de barrera que comprende un polímero, un metal, una composición acuosa (p. ej., una capa de barrera basada en agua), o una combinación de los mismos.

- 25 La composición acuosa puede comprender uno o más materiales inorgánicos en partículas descritos en la presente memoria. Por ejemplo, la composición acuosa puede comprender caolín, tal como caolín laminado o caolín hiperlaminado. Por caolín "laminado" se entiende un producto de caolín que tiene un factor de forma alto. Un caolín laminado tiene un factor de forma de aproximadamente 20 a menos de aproximadamente 60. Un caolín hiperlaminado tiene un factor de forma de aproximadamente 60 a 100 o incluso mayor de 100. El "factor de forma", como se usa en la presente memoria, es una medida de la relación del diámetro de la partícula al grosor de la partícula para una población de partículas de tamaño y forma variable cuando se mide usando métodos, aparatos y ecuaciones de conductividad eléctrica, descritos en la patente de EE.UU. n° 5.576.617. Como se describe con más detalle la técnica para determinar el factor de forma en la patente 617, la conductividad eléctrica de una composición de una suspensión acuosa de partículas orientadas que se ensaya, se mide cuando la composición fluye por un recipiente. Las mediciones de la conductividad eléctrica se toman a lo largo de una dirección del recipiente y a lo largo de otra dirección del recipiente transversal a la primera dirección. Usando la diferencia entre las dos mediciones de conductividad, se determina el factor de forma del material en partículas que se está ensayando.

- 30 En algunas realizaciones, los productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas proporcionan una superficie de permeabilidad baja para la aplicación del revestimiento funcional en el producto de papel. Por lo tanto, se pueden usar revestimientos funcionales más finos, menos cantidad y/o no poliméricos para lograr una función deseada (p. ej., función de barrera). En algunas realizaciones, los productos de papel revestidos que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas pueden tener una mejor resistencia al aceite (medida usando una solución basada en aceite de Rojo Sudán IV en ftalato de dibutilo usando una unidad de impresión IGT) comparado con el producto de papel revestido desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. Por ejemplo, los productos de papel revestidos que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas pueden tener una resistencia al aceite que es aproximadamente 2% mayor, aproximadamente 4% mayor, aproximadamente 6% mayor, aproximadamente 8% mayor, o aproximadamente 10% mayor que los productos de papel revestidos desprovistos de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., el producto de papel revestido tiene la misma cantidad de carga).

Propiedades de la fabricación de papel y de la hoja mejoradas

- 55 En algunas realizaciones, los productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas permiten un procesamiento mejorado para la fabricación de dichos productos de papel. Por ejemplo, al incluir una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas en la pasta de papel, el procesamiento final en húmedo de la base del papel puede no requerir pretratamiento (p. ej., adición de polímeros catiónicos). Además, comparado con una pasta de papel que incluye celulosa microfibrilada, una pasta de papel que incluye una composición de celulosa microfibrilada

coprocesada y material inorgánico en partículas tiene menor cambio o no cambia la demanda catiónica, tiene retención mejorada y formación mejorada. En algunas realizaciones, en las que se mejora la retención mediante la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas usada en el producto de papel, se puede reducir o eliminar el uso de auxiliares de retención y se puede evitar el daño de los productos de papel que resulta de los auxiliares de retención.

La demanda catiónica de una muestra de pasta de papel para la fabricación de papel está indicada por la cantidad de polímero catiónico altamente cargado necesario para neutralizar su superficie. Se puede usar un ensayo de corriente que fluye para determinar la demanda catiónica, basado en la cantidad de agente de valoración catiónico (p. ej., poli-DADMAC) necesario para alcanzar una señal cero. Otra forma de determinar el punto final es evaluando el potencial zeta después de cada adición incremental de agente de valoración. Otra estrategia para determinar la demanda catiónica es mezclar la muestra con un exceso conocido de agente de valoración catiónico, filtrar para separar los sólidos, y después volver a valorar hasta un punto final de color (valoración coloidal). En realizaciones, la demanda catiónica de una pasta de papel para la fabricación de papel que comprende la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, es comparable a o menor que la demanda catiónica de una pasta de papel para la fabricación de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., la pasta de papel tiene la misma cantidad de carga).

En una realización, la demanda catiónica (llamada también “carga aniónica”) se mide usando el dispositivo Mutek PCD 03 Titrator de acuerdo con el método descrito más adelante en los “Ejemplos”.

La retención es un término general para el procedimiento de mantener las partículas finas y fibras finas dentro de la red de papel cuando se está formando. La retención al primer paso da una indicación práctica de la eficacia mediante la cual son retenidos estos materiales finos en la red de papel cuando se está formando. En algunas realizaciones, la retención al primer paso de una pasta de papel que comprende la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, es mayor, por ejemplo, aproximadamente 2% mayor, aproximadamente 5% mayor, o aproximadamente 10% mayor que una pasta de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., la pasta de papel tiene la misma cantidad de carga).

En una realización, la retención al primer paso se determina basándose en la medición de sólidos en la caja de entrada (HB) y en la bandeja de las aguas blancas (WW) y se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{Retención} = [(HB_{\text{sólidos}} - WW_{\text{sólidos}}) / HB_{\text{sólidos}}] \times 100$$

La retención de cenizas (determinada por incineración) durante la formación de papel se puede mejorar en los productos de papel formados a partir de la pasta de papel que comprende la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, comparada con una pasta de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., la pasta de papel tiene la misma cantidad de carga). En realizaciones, la retención durante la formación de papel formado a partir de una pasta de papel que comprende la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, es al menos aproximadamente 5%, al menos aproximadamente 10%, al menos aproximadamente 15%, al menos aproximadamente 20%, o al menos aproximadamente 25% mayor, que una pasta de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., la pasta de papel tiene la misma cantidad de carga).

En una realización, la retención de cenizas se determina siguiendo los mismos principios que la retención al primer paso, pero basándose en el peso del componente de cenizas en la caja de entrada (HB) y en la bandeja de aguas blancas (WW), y se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{Retención de cenizas} = [(HB_{\text{cenizas}} - WW_{\text{cenizas}}) / HB_{\text{cenizas}}] \times 100$$

La formación de papel es la distribución no uniforme resultante de fibras, fragmentos de fibras, cargas minerales y aditivos químicos en la red que forma el papel. La formación se puede caracterizar por la variación del peso base a pequeña escala en el plano de la hoja de papel. Otra forma de describir la formación es la variabilidad del peso base del papel. La estructura no uniforme del papel se puede ver a simple vista en escalas de longitud que van de fracciones de un milímetro a unos centímetros. En algunas realizaciones, el índice de formación (PTS) de una pasta de papel que comprende la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas es al menos aproximadamente 5% menor, aproximadamente 10% menor, aproximadamente 15% menor, aproximadamente 20%, o aproximadamente 25% menor que una pasta de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., la pasta de papel tiene la misma cantidad de carga).

En una realización, el índice de formación (PTS) se determina usando el programa informático DOMAS desarrollado por PTS de acuerdo con el método de medición descrito en la sección 10-1 de su manual. “DOMAS 2.4 User Guide”.

En otras realizaciones, un producto de cartón que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas puede tener mejor plegabilidad y/o resistencia al agrietamiento.

Los productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas también pueden tener una combinación de propiedades de la hoja mejoradas. Por ejemplo, las hojas de productos de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas tienen mejores propiedades de resistencia y mejor formación. Sin estar limitados por una teoría particular, dicha combinación es sorprendente porque se cree que el refinado o fibrilación adicional daña de forma indeseable la formación del papel debido a la estabilidad reducida que conduce a una propensión a flocular, pero puede aumentar la resistencia de la hoja de papel.

En otras realizaciones, las hojas de producto de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, tienen mejor resistencia a la tracción, resistencia al desgarro y resistencia en la dirección z (enlace interno). Esto es sorprendente porque normalmente en el refinado de la pasta, al aumentar la resistencia a la tracción disminuirán la resistencia al desgarro y/o la resistencia en la dirección z. Por ejemplo, las hojas de producto de papel que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, puede tener una resistencia a la tracción que es al menos aproximadamente 2% mayor, al menos aproximadamente 3% mayor, al menos aproximadamente 4% mayor, al menos aproximadamente 5% mayor, al menos aproximadamente 6% mayor, al menos aproximadamente 7% mayor, al menos aproximadamente 8% mayor, al menos aproximadamente 9%, al menos aproximadamente 10% mayor, al menos aproximadamente 12% mayor, al menos aproximadamente 15% mayor, o al menos aproximadamente 20% mayor que las hojas de producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., la hoja de producto de papel tiene la misma cantidad de carga). En otras realizaciones, las hojas de producto de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, pueden tener una resistencia al desgarro que es al menos aproximadamente 5% mayor, al menos aproximadamente 10% mayor, al menos aproximadamente 15% mayor, al menos aproximadamente 20% mayor, o al menos aproximadamente 25% mayor que las hojas de producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., la hoja de producto de papel tiene la misma cantidad de carga). En otras realizaciones, las hojas de producto de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, tienen una combinación de mejor resistencia a la tracción y mejor resistencia al desgarro. Por ejemplo, las hojas de producto de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, pueden tener una resistencia a la tracción que es de aproximadamente 2% a aproximadamente 10% mayor que las hojas de producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, y una resistencia al desgarro de aproximadamente 5% a aproximadamente 25% mayor que las hojas de producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas.

En una realización, la resistencia al desgarro se determina de acuerdo con el método TAPPI T414 om-04 (Resistencia al desgarro interna del papel (método de tipo Elmendorf)).

En otras realizaciones, las hojas de producto de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, tienen mejor resistencia a la tracción y mejores propiedades de dispersión (es decir, ópticas), p. ej., dispersión de la luz de la hoja y absorción de la luz de la hoja. De nuevo esto es sorprendente, puesto que normalmente al aumentar la resistencia a la tracción disminuye la dispersión de la luz de la hoja. En algunas realizaciones, las hojas de producto de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, pueden tener un coeficiente de dispersión de la luz de la hoja (en $\text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$, medido usando filtros 8 y 10) que es al menos aproximadamente 2% mayor, al menos aproximadamente 3% mayor, al menos aproximadamente 4% mayor, al menos aproximadamente 5% mayor, al menos aproximadamente 6% mayor, al menos aproximadamente 7% mayor, al menos aproximadamente 8% mayor, al menos aproximadamente 9% mayor, o al menos aproximadamente 10% mayor que las hojas de producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., la hoja de producto de papel tiene la misma cantidad de carga). En otras realizaciones, las hojas de producto de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, tienen una combinación de mejor resistencia a la tracción y/o mejor resistencia al desgarro, y mejor dispersión de la luz. Por ejemplo, las hojas de producto de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, pueden tener una resistencia a la tracción que es de aproximadamente 2% a aproximadamente 10% mayor que las hojas de producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, y/o una resistencia al desgarro de aproximadamente 5% a aproximadamente 25% mayor que las hojas de producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, y un coeficiente de dispersión de la luz de la hoja (en $\text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$, medido usando filtros 8 y 10) que es de aproximadamente 2% a aproximadamente 10% mayor, por ejemplo, de aproximadamente 2% a aproximadamente 5% mayor que las hojas de producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., la hoja de producto de papel tiene la misma cantidad de carga).

En una realización, los coeficientes de dispersión y absorción de la luz de la hoja se miden usando los datos de

reflectancia de un instrumento Elrepho: R_{inf} = reflectancia de una pila de 10 hojas, R_o = reflectancia de 1 hoja sobre una copa negra, y estos valores y la sustancia (g.m^{-2}) de la hoja se introducen en la ecuación de Kubelka - Munk descrita en "Paper Optics" de Nils Pauler, (publicado por Lorentzen y Wettre, ISBN 91-971-765-6-7), pág. 29-36.

La resistencia al estallido se usa ampliamente como una medida de la resistencia a la rotura en muchos tipos de papel. En algunas realizaciones, las hojas de producto de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, pueden tener una resistencia al estallido que es al menos aproximadamente 5% mayor, al menos aproximadamente 10% mayor, al menos aproximadamente 15% mayor, al menos aproximadamente 20% mayor, o al menos aproximadamente 25% mayor que las hojas de producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas (p. ej., la hoja de producto de papel tiene la misma cantidad de carga).

En una realización, la resistencia al estallido se determina usando el dispositivo Messmer Büchnel burst tester de acuerdo con SCAN P 24.

En algunas realizaciones, dichas propiedades mejoradas de las hojas de producto de papel se pueden lograr en hojas de producto de papel que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, que incluye celulosa microfibrilada que tiene un d_{50} en el intervalo de aproximadamente 25 μm a aproximadamente 250 μm , más preferiblemente de aproximadamente 30 μm a aproximadamente 150 μm , incluso más preferiblemente de aproximadamente 50 μm a aproximadamente 140 μm , todavía más preferiblemente de aproximadamente 70 μm a aproximadamente 130 μm , y lo más preferiblemente de aproximadamente 50 μm a aproximadamente 120 μm . En realizaciones particulares, la celulosa microfibrilada de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas tiene un sesgo alto (como se define más adelante) dirigido hacia un d_{50} deseado. En una realización, una distribución de tamaño de partículas sesgada de la celulosa microfibrilada se puede producir por microfibrilación del sustrato fibroso que comprende celulosa en presencia de un material inorgánico en partículas en un procedimiento discontinuo en el que la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas que tiene la inclinación de la celulosa microfibrilada deseada se puede arrastrar por lavado del aparato de microfibrilación con agua o cualquier otro líquido.

En algunas realizaciones la celulosa microfibrilada de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas tiene una distribución de tamaño de partículas monomodal. En otras realizaciones la celulosa microfibrilada de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas tiene una distribución de tamaño de partículas multimodal producida, por ejemplo, por microfibrilación menor o parcial del sustrato fibroso que comprende celulosa en presencia del material inorgánico en partículas.

Revestimientos

En algunas realizaciones, los revestimientos pueden comprender una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. Los revestimientos que comprenden una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas también se pueden usar como papel funcional tal como el usado para el envasado de líquidos, revestimientos de barrera o aplicaciones de electrónica impresa. Por ejemplo, el revestimiento funcional puede ser una capa de barrera, p. ej., una capa de barrera de líquidos, o el revestimiento funcional puede ser una capa de electrónica impresa.

El revestimiento que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas se puede aplicar a un producto de papel para producir un revestimiento de producto de papel o de papel que tenga mayores propiedades de resistencia (p. ej., resistencia a la tracción, resistencia al rasgado y rigidez), mayor brillo y/o mejores propiedades de impresión (p. ej., brillo de impresión, rotura, densidad de impresión, o porcentaje de puntos perdidos). Por ejemplo, el producto de papel revestido con un revestimiento que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas puede tener una resistencia a la tracción aproximadamente 5% mayor, aproximadamente 10% mayor, o aproximadamente 20% mayor que la resistencia a la tracción de un producto de papel revestido con un revestimiento desprovisto de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. En algunas realizaciones, el producto de papel revestido con un revestimiento que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas puede tener una resistencia al rasgado aproximadamente 5% mayor, aproximadamente 10% mayor, o aproximadamente 20% mayor que la resistencia al rasgado de un producto de papel revestido con un revestimiento desprovisto de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. En algunas realizaciones, el producto de papel revestido con un revestimiento que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas puede tener una rigidez aproximadamente 5% mayor, aproximadamente 10% mayor, o aproximadamente 20% mayor que una rigidez del producto de papel revestido con un revestimiento desprovisto de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. En algunas realizaciones, el producto de papel revestido con un revestimiento que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas puede tener un brillo aproximadamente 5% mayor, aproximadamente 10% mayor, o aproximadamente 20% mayor que el brillo de un producto de papel revestido con un revestimiento desprovisto de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. En algunas realizaciones, el producto de papel revestido con un revestimiento que comprende una composición de celulosa

microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas puede tener una propiedad de barrera que es mejor que la propiedad de barrera del producto de papel revestido con un revestimiento desprovisto de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. La propiedad de barrera se puede seleccionar de la velocidad a la que uno o más de oxígeno, humedad, grasa y aromas pasan (es decir, son transmitidos) a través del producto de papel revestido. El revestimiento que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas puede, por lo tanto, ralentizar o mejorar (es decir, disminuir) la velocidad a la que uno o más de oxígeno, humedad, grasa y aromas pasan a través del producto de papel revestido.

En algunas realizaciones, la resistencia a la tracción, resistencia al rasgado y brillo se determinan de acuerdo con los métodos descritos antes.

En realizaciones, la rigidez (es decir, el módulo elástico) se determina de acuerdo con el método de medición de rigidez descrito en J.C. Husband, L.F. Gate, N. Norouzi, y D. Blair, "The Influence of kaolin Shape Factor on the Stiffness of Coated Papers", *TAPPI Journal*, Junio 2009, pág. 12-17 (véase en particular la sección titulada "Métodos experimentales"); y J.C. Husband, J.S. Preston, L.F. Gate, A. Storer, y P. Creaton, "The Influence of Pigment Particle Shape on the In-Plane tensile Strength Properties of Kaolin-based Coating Layers", *TAPPI Journal*, Diciembre 2006, pág. 3-8 (véase en particular la sección titulada "Métodos experimentales").

En una realización, el material inorgánico en partículas es caolín. Ventajosamente, el caolín es un caolín laminado o un caolín hiperlaminado.

Composiciones dispersables

En algunas realizaciones, la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas puede estar en forma de una composición seca o sustancialmente seca redispersable, producida por los procedimientos descritos en la presente memoria o por cualquier otro procedimiento de secado conocido en la técnica (p. ej., liofilizado). La composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas secada se puede dispersar fácilmente en un medio acuoso o no acuoso (p. ej., polímeros).

Por lo tanto, de acuerdo con un tercer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de polímero que comprende la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas descrita en la presente memoria.

La composición de polímero puede comprender al menos aproximadamente 0,5% en peso, al menos aproximadamente 5% en peso, al menos aproximadamente 10% en peso, al menos aproximadamente 15% en peso, al menos aproximadamente 20% en peso, al menos aproximadamente 25% en peso, al menos aproximadamente 30% en peso, o al menos aproximadamente 35% en peso de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, basado en el peso total de la composición de polímero. En general, el polímero comprenderá como máximo aproximadamente 50% en peso, por ejemplo, como máximo aproximadamente 45% en peso, o como máximo aproximadamente 40% en peso de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. En una realización particular, la composición de polímero comprende de aproximadamente 25% a aproximadamente 35% de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas. El contenido de fibra de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas puede ser al menos aproximadamente 2% en peso, al menos aproximadamente 3% en peso, al menos aproximadamente 4% en peso, al menos aproximadamente 5% en peso, al menos aproximadamente 6% en peso, al menos aproximadamente 7% en peso, al menos aproximadamente 8% en peso, al menos aproximadamente 10% en peso, al menos aproximadamente 11% en peso, al menos aproximadamente 12% en peso, al menos aproximadamente 13% en peso, al menos aproximadamente 14% en peso o al menos aproximadamente 15% en peso. En general, el contenido de fibra de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas será menor de aproximadamente 25% en peso, por ejemplo, menor de aproximadamente 20% en peso.

El polímero puede comprender cualquier polímero natural o sintético o una mezcla de los mismos. El polímero puede ser, por ejemplo, termoplástico o termoendurecible. El término "polímero" usado en la presente memoria incluye homopolímeros y/o copolímeros, así como polímeros reticulados y/o enredados.

Los polímeros, que incluyen homopolímeros y/o copolímeros, comprendidos en la composición de polímero de la presente invención se pueden preparar a partir de uno o más de los siguientes monómeros: ácido acrílico, ácido metacrílico, metacrilato de metilo y acrilatos de alquilo que tienen 1-18 átomos de carbono en el grupo alquilo, estireno, estirenos sustituidos, divinilbenceno, ftalato de dialilo, butadieno, acetato de vinilo, acrilonitrilo, metacrilonitrilo, anhídrido maleico, ésteres de ácido maleico o ácido fumárico, ácido o anhídrido tetrahidroftálico, ácido o anhídrido itacónico, y ésteres de ácido itacónico, con o sin un dímero, trímero o tetrámero de reticulación, ácido crotónico, neopentilglicol, propilenglicol, butanodiol, etilenglicol, dietilenglicol, dipropilenglicol, glicerol, ciclohexanodimetano, 1,6-hexanodiol, trimetilolpropano, pentaeritrol, anhídrido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, anhídrido hexahidroftálico, ácido adípico o ácidos succínicos, ácido azelaico y ácidos grasos dímeros, tolueno-diisocianato y difenilmetano-diisocianato. Se prefieren copolímeros que comprenden monómeros metacrilato

de metilo y estireno.

El polímero se puede seleccionar de uno o más de poli(metacrilato de metilo) (PMMA), poliacetal, policarbonato, poliacrilonitrilo, polibutadieno, poliestireno, poliácido, polipropileno, polímeros epoxi, poliésteres insaturados, poliuretanos, policiclopentadienos y copolímeros de los mismos. Los polímeros adecuados también incluyen cauchos líquidos, tales como siliconas.

La preparación de composiciones de polímeros de la presente invención se puede llevar a cabo por cualquier método de mezcla adecuado conocido en la técnica, como será fácilmente evidente para un experto en la técnica.

Dichos métodos incluyen la combinación de los componentes individuales o sus precursores y el posterior procesamiento de una forma convencional. Algunos de los ingredientes se pueden, si se desea, mezclar previamente antes de la adición a la mezcla de composición.

En el caso de composiciones de polímeros termoplásticos, dicho procesamiento puede comprender la mezcla en estado fundido, sea directamente en una extrusora para hacer un artículo a partir de la composición, o la premezcla en un aparato de mezcla separado. Las mezclas en seco de los componentes individuales, alternativamente, se pueden moldear por inyección directamente sin premezcla en estado fundido.

La composición de polímero se puede preparar mezclando los componentes de la misma íntimamente entre sí. Dicha composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas después se puede mezclar adecuadamente con el polímero y cualesquiera componentes adicionales deseados, antes de procesar como se ha descrito antes.

Para la preparación de composiciones de polímero reticuladas o curadas, la mezcla de los componentes no curados o sus precursores, y, si se desea, la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas y cualquier componente o componentes no perlitados deseados, se pondrán en contacto en condiciones adecuadas de calor, presión y/o luz, con una cantidad eficaz de cualquier agente de reticulación o sistema de curado, de acuerdo con la naturaleza y la cantidad del polímero usado, con el fin de reticular y/o curar el polímero.

Para la preparación de las composiciones de polímero donde están presentes in situ la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas y cualquier otro u otros componentes deseados en el momento de la polimerización, la combinación del o de los monómeros y cualesquiera otros precursores de polímero deseados, la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas y cualquier otro u otros componentes deseados, se pondrá en contacto en las condiciones adecuadas de calor, presión y/o luz, de acuerdo con la naturaleza y cantidad del o de los monómeros usados, con el fin de polimerizar el o los monómeros con la perlita y cualquier otro u otros componentes in situ.

El sustrato fibroso que comprende celulosa

El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede obtener de cualquier fuente adecuada tal como madera, hierbas (p. ej., caña de azúcar, bambú) o trapos (p. ej., residuos textiles, algodón, cáñamo o lino). El sustrato fibroso que comprende celulosa puede estar en forma de una pasta (es decir, una suspensión de fibras de celulosa en agua), que se puede preparar por cualquier tratamiento químico o mecánico adecuado, o combinación de los mismos. Por ejemplo, la pasta puede ser una pasta química, o una pasta quimiotermomecánica, o una pasta mecánica o una pasta reciclada, o un desecho de papelera, o una corriente residual de papelera, o residuos de una papelera o una combinación de los mismos. La pasta de celulosa se puede batir (por ejemplo, en una batidora Valley) y/o refinar de otra forma (por ejemplo, por procesamiento en un refinador cónico o de placa) a cualquier grado de refinado predeterminado, descrito en la técnica como el grado de refinado canadiense (CSF) en cm^3 . El CSF significa un valor para el refinado o tasa de drenaje de la pasta medido por la velocidad a la que se puede drenar una suspensión de pasta. Por ejemplo, la pasta de celulosa puede tener un grado de refinado canadiense de aproximadamente 10 cm^3 o mayor antes de ser microfibrilada. La pasta de celulosa puede tener un CSF de aproximadamente 700 cm^3 o menos, por ejemplo, igual o menor de aproximadamente 650 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 600 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 550 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 500 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 450 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 400 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 350 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 300 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 250 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 200 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 150 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 100 cm^3 , o igual o menos de aproximadamente 50 cm^3 . Después se puede eliminar el agua de la pasta de celulosa por métodos bien conocidos en la técnica, por ejemplo, la pasta se puede filtrar a través de un tamiz con el fin de obtener una hoja húmeda que comprende al menos aproximadamente 10% de sólidos, por ejemplo, al menos aproximadamente 15% de sólidos, o al menos aproximadamente 20% de sólidos, o al menos aproximadamente 30% de sólidos, o al menos aproximadamente 40% de sólidos. La pasta se puede usar en un estado no refinado, es decir sin batir o sin eliminar el agua, o de lo contrario refinada.

El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede añadir a un recipiente de trituración u homogeneizador en un estado seco. Por ejemplo, se puede añadir un desecho de papelera seco directamente en el recipiente del triturador. El entorno acuoso en el recipiente del triturador después facilitará la formación de una pasta.

El material inorgánico en partículas

El material inorgánico en partículas puede ser, por ejemplo, un carbonato o sulfato de metal alcalinotérreo, tal como carbonato de calcio, carbonato de magnesio, dolomita, yeso, una arcilla kandita hidratada tal como caolín, haloisita o arcilla de bola, una arcilla kandita anhidra (calcinada) tal como metacaolín o caolín completamente calcinado, talco, mica, huntita, hidromagnesita, vidrio triturado, perlita o tierra de diatomeas, o hidróxido magnésico o aluminio trihidrato, o combinaciones de los mismos.

Un material inorgánico en partículas preferido para usar en el método de acuerdo con el primer aspecto de la presente invención es el carbonato de calcio. En lo sucesivo, se tenderá a describir la invención en términos de carbonato de calcio, y en relación con aspectos donde el carbonato de calcio es procesado y/o tratado. No debe considerarse que la invención está limitada por dichas realizaciones.

El carbonato de calcio en partículas usado en la presente invención se puede obtener de una fuente natural por trituración. El carbonato de calcio triturado (GCC) se obtiene típicamente por rotura y después trituración de una fuente mineral tal como yeso, mármol o caliza, a lo que le puede seguir una etapa de clasificación por tamaño de partículas, con el fin de obtener un producto que tenga el grado de finura deseado. También se pueden usar otras técnicas tales como blanqueado, separación por flotación y magnética para obtener un producto que tenga el grado deseado de finura y/o color. El material sólido en partículas se puede triturar de forma autógena, es decir, por desgaste entre las propias partículas del material sólido, o, alternativamente, en presencia de un medio de trituración en partículas que comprende partículas de un material diferente del carbonato de calcio que se va a triturar. Estos procedimientos se pueden llevar a cabo con o sin la presencia de un dispersante y biocidas, que se pueden añadir en cualquier etapa del procedimiento.

Se puede usar carbonato de calcio precipitado (PCC) como la fuente del carbonato de calcio en partículas en la presente invención, y se puede producir por cualquiera de los métodos conocidos disponibles en la técnica. TAPPI Monograph Series No 30, "Paper Coating Pigments", páginas 34-35 describe los tres procedimientos comerciales principales para preparar carbonato de calcio precipitado que es adecuado para usar en la preparación de productos para usar en la industria papelera, pero también se puede usar en la práctica de la presente invención. En los tres procedimientos, un material alimentado de carbonato de calcio, tal como caliza, se calcina primero para producir cal viva, y después la cal viva se apaga en agua para dar hidróxido de calcio o lechada de cal. En el primer procedimiento, la lechada de cal se carbonata directamente con dióxido de carbono gaseoso. Este procedimiento tiene la ventaja de que no se forman subproductos, y es relativamente fácil controlar las propiedades y pureza del producto de carbonato de calcio. En el segundo procedimiento la lechada de cal se pone en contacto con carbonato de sodio anhidro para producir, por doble descomposición, un precipitado de carbonato de calcio y una solución de hidróxido de sodio. El hidróxido de sodio se puede separar sustancialmente de forma completa del carbonato de calcio, si se usa este procedimiento comercialmente. En el tercer procedimiento comercial principal, la lechada de cal se pone en contacto primero con cloruro amónico para dar una solución de cloruro de calcio y amoniaco gaseoso. La solución de cloruro de calcio después se pone en contacto con carbonato de sodio anhidro para producir, por doble descomposición, carbonato de calcio precipitado y una solución de cloruro de sodio. Los cristales se pueden producir en una variedad de formas y tamaños diferentes, dependiendo del procedimiento de reacción específico que se use. Las tres formas principales de cristales de PCC son aragonita, romboédrico y escalenoédrico (p. ej., calcita), todas las cuales son adecuadas para usar en la presente invención, incluyendo sus mezclas.

La trituración en húmedo del carbonato de calcio implica la formación de una suspensión acuosa de carbonato de calcio que después se puede triturar, opcionalmente en presencia de un agente de dispersión adecuado. Se puede hacer referencia, por ejemplo, al documento, EP-A-614948 para más información en relación con la trituración en húmedo del carbonato de calcio.

En algunas circunstancias, se pueden incluir cantidades minoritarias de otros minerales, por ejemplo, también podrían estar presentes uno o más de caolín, caolín calcinado, wollastonita, bauxita, talco o mica.

Cuando el material inorgánico en partículas de la presente invención se obtiene de fuentes que se encuentran de forma natural, puede darse que algunas impurezas minerales contaminen el material triturado. Por ejemplo, el carbonato de calcio que se encuentra de forma natural puede estar presente asociado con otros minerales. Por lo tanto, en algunas realizaciones, el material inorgánico en partículas incluye una cantidad de impurezas. Sin embargo, en general, el material inorgánico en partículas usado en la invención contendrá menos de aproximadamente 5% en peso, preferiblemente menos de aproximadamente 1% en peso de otras impurezas minerales.

El material inorgánico en partículas usado durante la etapa de microfibrilación del método de la presente invención, preferiblemente tendrá una distribución del tamaño de partículas en la que al menos 10% en peso de las partículas tienen un e.s.d. (diámetro esférico equivalente) menor de 2 μm , por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en peso, o al menos aproximadamente 30% en peso, o al menos aproximadamente 40% en peso, o al menos aproximadamente 50% en peso, o al menos aproximadamente 60% en peso, o al menos aproximadamente 70% en peso, o al menos aproximadamente 80% en peso, o al menos aproximadamente 90% en peso, o al menos aproximadamente 95% en peso, o aproximadamente 100% de las partículas tiene un e.s.d. of menor de 2 μm .

- Salvo que se indique otra cosa, las propiedades del tamaño de partículas citado en la presente memoria para los materiales inorgánicos en partículas, se miden de una forma conocida por sedimentación del material en partículas en condiciones completamente dispersas en un medio acuoso usando una máquina Sedigraph 5100 suministrada por Micromeritics Instruments Corporation, Norcross, Georgia, EE.UU. (teléfono: +1 770 662 3620; sitio web: www.micromeritics.com), denominado en la presente memoria "unidad Sedigraph 5100 de Micromeritics". Dicha máquina proporciona mediciones y una gráfica del porcentaje acumulado en peso de partículas que tienen un tamaño, denominado en la técnica el "diámetro esférico equivalente" (e.s.d.), menor que valores de e.s.d. dados. El tamaño medio de partículas d_{50} es el valor determinado de esta forma del e.s.d. de la partícula en el que hay 50% en peso de las partículas que tienen un diámetro esférico equivalente menor que ese valor de d_{50} .
- Alternativamente, cuando se indique, las propiedades del tamaño de partículas citadas en la presente memoria para los materiales inorgánicos en partículas, se miden por el método convencional bien conocido usado en la técnica de dispersión de luz láser, usando una máquina Malvern Mastersizer suministrada por Malvern Instruments Ltd (o por otros métodos que dan esencialmente el mismo resultado). En la técnica de la dispersión de luz láser, se puede medir el tamaño de partículas en polvo, suspensiones y emulsiones usando la difracción de un haz láser, basado en una aplicación de la teoría de Mie. Dicha máquina proporciona mediciones y una gráfica del porcentaje en volumen acumulado de partículas que tienen un tamaño, denominado en la técnica el "diámetro esférico equivalente" (e.s.d.), menor que valores de e.s.d. dados. El tamaño medio de partículas d_{50} es el valor determinado de esta forma del e.s.d. de la partícula en el que hay 50% en volumen de las partículas que tienen un diámetro esférico equivalente menor que ese valor de d_{50} .
- En otra realización, el material inorgánico en partículas usado durante la etapa de microfibrilación del método de la presente invención, preferiblemente tendrá una distribución del tamaño de partículas, medido usando la máquina Malvern Mastersizer, en el que al menos aproximadamente 10% en volumen de las partículas tienen un e.s.d. menor que 2 μm , por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en volumen, o al menos aproximadamente 30% en volumen, o al menos aproximadamente 40% en volumen, o al menos aproximadamente 50% en volumen, o al menos aproximadamente 60% en volumen, o al menos aproximadamente 70% en volumen, o al menos aproximadamente 80% en volumen, o al menos aproximadamente 90% en volumen, o al menos aproximadamente 95% en volumen, o aproximadamente 100% en volumen de las partículas tienen un e.s.d. of menor de 2 μm .
- Salvo que se indique otra cosa, las propiedades del tamaño de partículas de los materiales de celulosa microfibrilados son como se miden por el método convencional bien conocido usado en la técnica de dispersión de luz láser, usando una máquina Malvern Mastersizer suministrada por Malvern Instruments Ltd (o por otros métodos que dan esencialmente el mismo resultado).
- Se proporcionan más adelante detalles del procedimiento usado para caracterizar las distribuciones del tamaño de partículas de mezclas del material inorgánico en partículas y la celulosa microfibrilada usando una máquina Malvern Mastersizer S.
- Otro material inorgánico en partículas preferido para usar en el método de acuerdo con el primer aspecto de la presente invención es la arcilla caolín. En lo sucesivo, se puede tender a describir esta sección de la memoria descriptiva en términos del caolín, y en relación a aspectos donde el caolín es procesado y/o tratado. No debe considerarse que la invención esté limitada por dichas realizaciones. Por lo tanto, en algunas realizaciones, se usa caolín en una forma no procesada.
- La arcilla caolín usada en esta invención puede ser un material procesado derivado de una fuente natural, en concreto mineral arcilloso de caolín natural bruto. La arcilla caolín procesada puede contener típicamente al menos aproximadamente 50% en peso de caolinita. Por ejemplo, la mayoría de las arcillas caolín procesadas en el comercio contienen más de aproximadamente 75% en peso de caolinita y pueden contener más de aproximadamente 90%, en algunos casos más de aproximadamente 95% en peso de caolinita.
- La arcilla caolín usada en la presente invención se puede preparar a partir del mineral arcilloso de caolín natural en bruto mediante uno o más de otros procedimientos que son bien conocidos para el experto en la técnica, por ejemplo, por etapas de refinado o enriquecimiento.
- Por ejemplo, el mineral arcilloso se puede blanquear con un agente de blanqueo reductor, tal como hidrosulfito sódico. Si se usa hidrosulfito sódico, opcionalmente se puede extraer el agua del mineral arcilloso blanqueado, y opcionalmente lavar y de nuevo opcionalmente extraer el agua, después de la etapa de blanqueo con hidrosulfito sódico.
- El mineral arcilloso se puede tratar para eliminar las impurezas, p. ej., por técnicas de floculación, flotación o separación magnética, bien conocidas en la técnica. Alternativamente, el mineral arcilloso usado en el primer aspecto de la invención puede no estar tratado en forma de un sólido o como una suspensión acuosa.
- El procedimiento para preparar la arcilla caolín en partículas usado en la presente invención también puede incluir una o más etapas de fragmentación, p. ej., trituración o molienda. Se usa la fragmentación ligera de un caolín grueso para producir su deslaminación adecuada. La fragmentación se puede llevar a cabo usando perlas o gránulos de un plástico (p. ej., nailon), arena o auxiliar de trituración o molienda cerámico. El caolín grueso se puede refinar para

separar las impurezas y mejorar las propiedades físicas usando procedimientos bien conocidos. La arcilla caolín se puede tratar por un procedimiento de clasificación de tamaño de partículas conocido, p. ej., cribado y centrifugación (o ambos), para obtener partículas que tienen un valor deseado de d_{50} o distribución de tamaño de partículas.

El procedimiento de microfibrilación

- 5 De acuerdo con el primer aspecto de la invención, se proporciona un método de preparación de una composición para usar como una carga en papel o como un revestimiento de papel, que comprende una etapa de microfibrilación de un sustrato fibroso que comprende celulosa en presencia de un material inorgánico en partículas. De acuerdo con realizaciones particulares de los presentes métodos, la etapa de microfibrilación se lleva a cabo en presencia de un material inorgánico en partículas que actúa como agente de microfibrilación.
- 10 Por microfibrilación se entiende un procedimiento en el que microfibrillas de celulosa son liberadas o parcialmente liberadas como especies individuales o como agregados más pequeños, comparado con las fibras de la pasta antes de microfibrilación. Las fibras de celulosa típicas (es decir, la pasta antes de microfibrilación) adecuada para usar en la fabricación de papel incluye agregados más grandes de cientos o miles de microfibrillas de celulosa individuales. Mediante la microfibrilación de la celulosa, se imparten características y propiedades particulares, que incluyen pero no se limitan a las características y propiedades descritas en la presente memoria, a la celulosa microfibrilada y las composiciones que incluyen la celulosa microfibrilada.
- 15

La etapa de microfibrilación se puede llevar a cabo en cualquier aparato adecuado, que incluye, pero no se limita a un refinador. En una realización, la etapa de microfibrilación se lleva a cabo en un recipiente de trituración en condiciones de trituración en húmedo. En otra realización, la etapa de microfibrilación se lleva a cabo en un homogeneizador. Cada una de estas realizaciones se describe con más detalle a continuación.

Trituración en húmedo

La trituración se lleva a cabo adecuadamente de una forma convencional. La trituración puede ser un procedimiento de trituración por desgaste en presencia de un medio de trituración en partículas, o puede ser un procedimiento de trituración autógeno, es decir, uno en ausencia de un medio de trituración. Por medio de trituración se entiende un medio distinto del material inorgánico en partículas que es cotriturado con el sustrato fibroso que comprende celulosa.

El medio de trituración en partículas, cuando está presente, puede ser un material natural o sintético. El medio de trituración puede comprender, por ejemplo, bolas, perlas o pelets de cualquier mineral, material cerámico o metálico duro. Dichos materiales pueden incluir, por ejemplo, alúmina, circonia, silicato de circonio, silicato de aluminio o el material rico en mullita que es producido por calcinación de la arcilla caolinítica a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 1300°C a aproximadamente 1800°C. Por ejemplo, en algunas realizaciones, se prefiere un medio de trituración Carbolite®. Alternativamente, se pueden usar partículas de arena natural de un tamaño de partículas adecuado.

En general, el tipo y el tamaño de las partículas del medio de trituración que se selecciona para usar en la invención, puede depender de propiedades tales como, p. ej., el tamaño de partículas y la composición química, la suspensión de alimentación del material que se va a triturar. Preferiblemente, el medio de trituración en partículas comprende partículas que tienen un diámetro medio en el intervalo de aproximadamente 0,1 mm a aproximadamente 6,0 mm y más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 0,2 mm a aproximadamente 4,0 mm. El medio (o medios) de trituración puede estar presente en una cantidad de hasta aproximadamente 70% en volumen de la carga. El medio de trituración puede estar presente en una cantidad de al menos aproximadamente 10% en volumen de la carga, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 30% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 40% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 50% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 60% en volumen de la carga.

La trituración se puede llevar a cabo en una o más etapas. Por ejemplo, un material inorgánico en partículas grueso se puede triturar en el recipiente del triturador a una distribución de tamaño de partículas predeterminado, después de lo cual se añade el material fibroso que comprende celulosa y se continúa la trituración hasta obtener el nivel de microfibrilación deseado. El material inorgánico en partículas grueso usado de acuerdo con el primer aspecto de esta invención, inicialmente puede tener una distribución de tamaño de partículas en la que menos de aproximadamente 20% en peso de las partículas tiene un e.s.d. menor que 2 μm , por ejemplo, menos de aproximadamente 15% en peso, o menos de aproximadamente 10% en peso de las partículas tiene un e.s.d. menor que 2 μm . En otra realización el material inorgánico en partículas grueso usado de acuerdo con el primer aspecto de esta invención, inicialmente puede tener una distribución de tamaño de partículas, medido con una máquina Malvern Mastersizer S, en la que menos de aproximadamente 20% en peso de las partículas tiene un e.s.d. menor que 2 μm , por ejemplo, menos de aproximadamente 15% en volumen, o menos de aproximadamente 10% en volumen de las partículas tiene un e.s.d. menor que 2 μm .

El material inorgánico en partículas grueso se puede triturar en húmedo o en seco, en ausencia o presencia de un medio de trituración. En el caso de una etapa de trituración en húmedo, el material inorgánico en partículas grueso preferiblemente se tritura en una suspensión acuosa en presencia de un medio de trituración. En dicha suspensión,

el material inorgánico en partículas grueso puede estar presente preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 5% a aproximadamente 85% en peso de la suspensión, más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 20% a aproximadamente 80% en peso de la suspensión. Lo más preferiblemente, el material inorgánico en partículas grueso puede estar presente en una cantidad de aproximadamente 30% a aproximadamente 75% en peso de la suspensión. Como se ha descrito antes, el material inorgánico en partículas grueso se puede triturar a una distribución de tamaño de partículas tal que al menos aproximadamente 10% en peso de las partículas tiene un e.s.d. menor que 2 µm, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en peso, o al menos aproximadamente 30% en peso, o al menos aproximadamente 40% en peso, o al menos aproximadamente 50% en peso, o al menos aproximadamente 60% en peso, o al menos aproximadamente 70% en peso, o al menos aproximadamente 80% en peso, o al menos aproximadamente 90% en peso, o al menos aproximadamente 95% en peso, o aproximadamente 100% en peso de las partículas tienen un e.s.d. menor de 2 µm, después de lo cual se añade la pasta de celulosa y los dos componentes se cotrituran para microfibrillar las fibras de la pasta de celulosa. En otra realización, el material inorgánico en partículas grueso se tritura a una distribución de tamaño de partículas, medida usando la máquina Malvern Mastersizer S, tal que al menos aproximadamente 10% en volumen de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 µm, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en volumen, o al menos aproximadamente 30% en volumen, o al menos aproximadamente 40% en volumen, o al menos aproximadamente 50% en volumen, o al menos aproximadamente 60% en volumen, o al menos aproximadamente 70% en volumen, o al menos aproximadamente 80% en volumen, o al menos aproximadamente 90% en volumen, o al menos aproximadamente 95% en volumen, o aproximadamente 100% en volumen de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2 µm, después de lo cual se añade la pasta de celulosa y los dos componentes se cotrituran para microfibrillar las fibras de la pasta de celulosa.

En una realización, el tamaño medio de partículas (d_{50}) del material inorgánico en partículas se reduce durante el procedimiento de cotrituración. Por ejemplo el d_{50} del material inorgánico en partículas se puede reducir en al menos aproximadamente 10% (medido por una máquina Malvern Mastersizer S), por ejemplo, el d_{50} del material inorgánico en partículas se puede reducir en al menos aproximadamente 20%, o reducir en al menos aproximadamente 30%, o reducir en al menos aproximadamente 50%, o reducir en al menos aproximadamente 50%, o reducir en al menos aproximadamente 60%, o reducir en al menos aproximadamente 70%, o reducir en al menos aproximadamente 80%, o reducir en al menos aproximadamente 90%. Por ejemplo, un material inorgánico en partículas que tiene un d_{50} de 2,5 µm antes de la cotrituración y un d_{50} de 1,5 µm después de cotrituración, se habrá sometido a una reducción de 40% del tamaño de partículas. En algunas realizaciones, el tamaño medio de partículas del material inorgánico en partículas no se reduce significativamente durante el procedimiento de cotrituración. Por "no se reduce significativamente" se entiende que el d_{50} del material inorgánico en partículas se reduce en menos de aproximadamente 10%, por ejemplo, el d_{50} del material inorgánico en partículas se reduce en menos de aproximadamente 5%.

El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede microfibrillar en presencia de un material inorgánico en partículas para obtener celulosa microfibrilada que tenga un d_{50} en el intervalo de aproximadamente 5 µm a aproximadamente 500 µm, medido por dispersión de la luz láser. El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede microfibrillar en presencia de un material inorgánico en partículas para obtener celulosa microfibrilada que tiene un d_{50} igual a o menor de aproximadamente 400 µm, por ejemplo, igual a o menor de aproximadamente 300 µm, o igual a o menor de aproximadamente 200 µm, o igual a o menor de aproximadamente 150 µm, o igual a o menor de aproximadamente 125 µm, o igual a o menor de aproximadamente 100 µm, o igual a o menor de aproximadamente 90 µm, o igual a o menor de aproximadamente 80 µm, o igual a o menor de aproximadamente 70 µm, o igual a o menor de aproximadamente 60 µm, o igual a o menor de aproximadamente 50 µm, o igual a o menor de aproximadamente 40 µm, o igual a o menor de aproximadamente 30 µm, o igual a o menor de aproximadamente 20 µm, o igual a o menor de aproximadamente 10 µm.

El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede microfibrillar en presencia de un material inorgánico en partículas para obtener celulosa microfibrilada que tiene un tamaño de partículas de fibra modal en el intervalo de aproximadamente 0,1-500 µm y un tamaño de partículas del material inorgánico en partículas modal en el intervalo de 0,25-20 µm. El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede microfibrillar en presencia de un material inorgánico en partículas para obtener celulosa microfibrilada que tiene un tamaño de partículas de fibra modal de al menos aproximadamente 0,5 µm, por ejemplo, al menos aproximadamente 10 µm, o al menos aproximadamente 50 µm, o al menos aproximadamente 100 µm, o al menos aproximadamente 150 µm, o al menos aproximadamente 200 µm, o al menos aproximadamente 300 µm, o al menos aproximadamente 400 µm.

El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede microfibrillar en presencia de un material inorgánico en partículas para obtener celulosa microfibrilada que tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50, medida por Malvern. El sesgo de la fibra (es decir, el sesgo de la distribución del tamaño de partículas de las fibras) se determina mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Sesgo} = 100 \times (d_{30}/d_{70})$$

Más en particular, la celulosa microfibrilada puede tener un sesgo de la fibra de aproximadamente 25 a aproximadamente 40, o de aproximadamente 25 a aproximadamente 35, o de aproximadamente 30 a

aproximadamente 40.

La trituración se lleva a cabo adecuadamente en un recipiente de trituración tal como un molino de tambor (p. ej., de barras, bolas y autógeno), un molino agitado (p. ej., SAM o IsaMill), un molino de torre, un Stirred Media Detritor (SMD), o un recipiente de trituración que comprende placas de trituración paralelas rotatorias entre las que se

5 alimenta la alimentación que se va a triturar.

En una realización, el recipiente de trituración es un molino de torre. El molino de torre puede comprender una zona estática encima de una o más zonas de trituración. Una zona estática es una región situada hacia la parte superior del interior del molino de torre en la que tiene lugar una trituración mínima o no hay trituración y comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas. La zona estática es una región en la que partículas del medio de trituración sedimentan en una o más zonas de trituración del molino de torre.

10 El molino de torre puede comprender un clasificador encima de una o más zonas de trituración. En una realización, el clasificador está montado en la parte superior situado adyacente a una zona estática. El clasificador puede ser un hidrociclón.

15 El molino de torre puede comprender un tamiz encima de una o más zonas de trituración. En una realización, el tamiz está situado adyacente a una zona estática y/o un clasificador. El tamiz puede estar diseñado para separar el medio de trituración de la suspensión acuosa de producto que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas y para potenciar la sedimentación del medio de trituración.

20 En una realización, la trituración se lleva a cabo en condiciones de flujo pistón. En condiciones de flujo pistón, el flujo a través de la torre es tal que hay mezcla limitada de los materiales de trituración a través de la torre. Esto significa que en diferentes puntos a lo largo de la longitud del molino de torre, la viscosidad del entorno acuoso variará al aumentar la finura de la celulosa microfibrilada. Por lo tanto, en efecto, la región de trituración en el molino de torre se puede considerar que comprende una o más zonas de trituración que tienen una viscosidad característica. Un experto en la técnica entenderá que no hay límites marcados entre zonas adyacentes con respecto a la viscosidad.

25 En una realización, se añade agua a la parte superior del molino próxima a la zona estática o el clasificador o el tamiz encima de una o más zonas de trituración para reducir la viscosidad de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas. Mediante la dilución del producto de celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas en este punto en el molino, se ha encontrado que mejora la prevención del arrastre del medio de trituración a la zona estática y/o el clasificador y/o el tamiz. Además, el

30 mezclamiento limitado a lo largo de la torre permite el procesamiento de mayor contenido de sólidos más abajo de la torre y diluido en la parte superior con flujo de retorno limitado del agua de dilución de vuelta hacia abajo de la torre en una o más zonas de trituración. Se puede añadir cualquier cantidad de agua adecuada que sea eficaz para diluir la viscosidad de la suspensión acuosa del producto que comprende la celulosa microfibrilada y el material inorgánico en partículas. El agua se puede añadir continuamente durante el procedimiento de trituración, o a intervalos regulares o a intervalos irregulares.

35 En otra realización, se puede añadir agua a una o más zonas de trituración por uno o más puntos de inyección del agua situados a lo largo de la longitud del molino de torre, cada punto de inyección de agua está situado en una posición que corresponde a una o más zonas de trituración. Ventajosamente, la capacidad de añadir agua en diferentes puntos a lo largo de la torre permite el mayor ajuste de las condiciones de trituración en cualquiera o todas las posiciones a lo largo del molino.

40 El molino de torre puede comprender un eje impulsor equipado con una serie de discos rotores impulsores a lo largo de su longitud. La acción de los discos rotores impulsores crea una serie de zonas de trituración discretas a lo largo del molino.

45 En una realización, la trituración se lleva a cabo en un triturador de cribado, preferiblemente un Stirred media detritor. El triturador de cribado puede comprender uno o más tamices que tienen un tamaño de aberturas nominal de al menos aproximadamente 250 μm , por ejemplo, el uno o más tamices pueden tener un tamaño de aberturas nominal de al menos aproximadamente 300 μm , o al menos aproximadamente 350 μm , o al menos aproximadamente 400 μm , o al menos aproximadamente 450 μm , o al menos aproximadamente 500 μm , o al menos aproximadamente 550 μm , o al menos aproximadamente 600 μm , o al menos aproximadamente 650 μm , o al menos aproximadamente 700 μm , o al menos aproximadamente 750 μm , o al menos aproximadamente 800 μm , o al menos aproximadamente 850 μm , o al menos aproximadamente 900 μm , o al menos aproximadamente 1000 μm .

50 Los tamaños de los tamices indicados inmediatamente antes se pueden aplicar a las realizaciones del molino de torre descritas antes.

55 Como se ha indicado antes, la trituración se puede llevar a cabo en presencia de un medio de trituración. En una realización, el medio de trituración es un medio grueso que comprende partículas que tienen un diámetro medio en el intervalo de aproximadamente 1 mm a aproximadamente 6 mm, por ejemplo aproximadamente 2 mm, o aproximadamente 3 mm, o aproximadamente 4 mm, o aproximadamente 5 mm.

En otra realización, el medio de trituración tiene una gravedad específica de al menos aproximadamente 2,5, por ejemplo, al menos aproximadamente 3, o al menos aproximadamente 3,5, o al menos aproximadamente 4,0, o al menos aproximadamente 4,5, o al menos aproximadamente 5,0, o al menos aproximadamente 5,5, o al menos aproximadamente 6,0.

- 5 En otra realización, el medio de trituración comprende partículas que tienen un diámetro medio en el intervalo de aproximadamente 1 mm a aproximadamente 6 mm y tiene una gravedad específica de al menos aproximadamente 2,5.

En otra realización, el medio de trituración comprende partículas que tiene un diámetro medio de aproximadamente 3 mm y gravedad específica de aproximadamente 2,7.

- 10 Como se ha descrito antes, el medio (o medios) de trituración pueden estar presentes en una cantidad de hasta aproximadamente 70% en volumen de la carga. El medio de trituración puede estar presente en una cantidad de al menos aproximadamente 10% en volumen de la carga, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 30% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 40% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 50% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 60% en volumen de la carga
- 15

En una realización, el medio de trituración está presente en una cantidad de aproximadamente 50% en volumen de la carga.

- 20 Por "carga" se entiende la composición que es la alimentación alimentada al recipiente de trituración. La carga incluye agua, medio de trituración, sustrato fibroso que comprende celulosa y material inorgánico en partículas, y cualesquiera otros aditivos opcionales descritos en la presente memoria. El uso de un medio relativamente grueso y/o denso tiene la ventaja de mejores tasas de sedimentación (es decir, más rápido) y menor medio arrastrado a través de la zona estática y/o clasificador y/o tamiz (tamices).

- 25 Una ventaja adicional de usar medios de trituración relativamente gruesos es que el tamaño medio de partículas (d_{50}) del material inorgánico en partículas puede no haberse reducido significativamente durante el procedimiento de trituración de modo que la energía impartida al medio de trituración se gasta principalmente en la microfibrilación del sustrato fibroso que comprende celulosa.

- 30 Una ventaja adicional de usar tamices relativamente gruesos es que se puede usar un medio de trituración relativamente grueso o denso en la etapa de microfibrilación. Además, el uso de tamices relativamente gruesos (es decir, que tienen una abertura nominal de al menos aproximadamente 250 μm) permite procesar y retirar del triturador un producto con contenido de sólidos relativamente alto, lo que permite que una alimentación con contenido relativamente alto de sólidos (que comprende sustrato fibroso que comprende celulosa y material inorgánico en partículas) sea procesada en un procedimiento económicamente viable. Como se ha discutido antes, se ha encontrado que una alimentación que tiene un contenido de sólidos inicial alto es conveniente en términos de suficiencia energética. Además, también se ha encontrado que el producto producido (a una energía dada) con
- 35 contenido de sólidos más bajo tiene una distribución del tamaño de partículas más grueso.

Como se ha descrito en la sección de "Antecedentes" anterior, la presente invención busca abordar el problema de preparar celulosa microfibrilada de forma económica a una escala industrial.

- 40 Por lo tanto, de acuerdo con una realización, el sustrato fibroso que comprende celulosa y material inorgánico en partículas está presente en el entorno acuoso con un contenido de sólidos inicial de al menos aproximadamente 4% en peso, del cual al menos aproximadamente 2% en peso es sustrato fibroso que comprende celulosa. El contenido de sólidos inicial puede ser al menos aproximadamente 10% en peso, o al menos aproximadamente 20% en peso, o al menos aproximadamente 30% en peso, o al menos aproximadamente al menos 40% en peso. Al menos aproximadamente 5% en peso del contenido de sólidos inicial puede ser sustrato fibroso que comprende celulosa, por ejemplo, al menos aproximadamente 10%, o al menos aproximadamente 15%, o al menos aproximadamente
- 45 20% en peso del contenido de sólidos inicial puede ser sustrato fibroso que comprende celulosa.

- 50 En otra realización, la trituración se lleva a cabo en una cascada de recipientes de trituración, uno o más de los cuales puede comprender una o más zonas de trituración. Por ejemplo, el sustrato fibroso que comprende celulosa y el material inorgánico en partículas se pueden triturar en una cascada de dos o más recipientes de trituración, por ejemplo, una cascada de tres o más recipientes de trituración, o una cascada de cuatro o más recipientes de trituración, o una cascada de cinco o más recipientes de trituración, o una cascada de seis o más recipientes de trituración, o una cascada de siete o más recipientes de trituración, o una cascada de ocho o más recipientes de trituración, o una cascada de nueve o más recipientes de trituración, o una cascada que comprende hasta diez recipientes de trituración. La cascada de recipientes de trituración puede estar operativamente unida en serie o paralelo o una combinación de serie y paralelo. La salida de y/o la entrada a uno o más de los recipientes de
- 55 trituración en la cascada puede estar sujeto a una o más etapas de cribado y/o una o más etapas de clasificación.

La energía total gastada en un procedimiento de microfibrilación puede estar distribuida igualmente a lo largo de los recipientes de trituración en cascada. Alternativamente, el aporte de energía puede variar entre algunos o todos los

recipientes de trituración en la cascada.

Un experto en la técnica entenderá que la energía gastada por recipiente puede variar entre recipientes en la cascada dependiendo de la cantidad de sustrato fibroso que se microfibrila en cada recipiente, y opcionalmente la velocidad de trituración en cada recipiente, la duración de la trituración en cada recipiente, el tipo de medio de trituración en cada recipiente y el tipo y cantidad de material inorgánico en partículas. Las condiciones de trituración se pueden variar en cada recipiente en la cascada con el fin de controlar la distribución del tamaño de partículas tanto de la celulosa microfibrilada como del material inorgánico en partículas. Por ejemplo, el tamaño de los medios de trituración se puede variar entre recipientes sucesivos en la cascada con el fin de reducir la trituración del material inorgánico en partículas y dirigir la trituración del sustrato fibroso que comprende celulosa.

En una realización, la trituración se lleva a cabo en un circuito cerrado. En otra realización, la trituración se lleva a cabo en un circuito abierto. La trituración se puede realizar en un modo discontinuo. La trituración se puede llevar a cabo en un modo discontinuo de recirculación.

Como se ha descrito antes, el circuito de trituración puede incluir una etapa de pretrituración en la que las partículas inorgánicas gruesas son trituradas en un recipiente de trituración a una distribución de tamaño de partículas predeterminada, después de lo cual el material fibroso que comprende celulosa se combina con el material inorgánico en partículas pretriturado y la trituración continua en el mismo o diferente recipiente de trituración hasta que se ha obtenido el nivel deseado de microfibrilación.

Puesto que la suspensión de material que se va a triturar puede ser de una viscosidad relativamente alta, se puede añadir preferiblemente un agente de dispersión adecuado a la suspensión antes de la trituración. El agente de dispersión puede ser, por ejemplo, un fosfato condensado soluble en agua, poli(ácido silícico) o una sal del mismo, o un polielectrolito, por ejemplo una sal soluble en agua de un poli(ácido acrílico) o de un poli(ácido metacrílico) que tiene un peso molecular medio en número no superior a 80.000. La cantidad de agente dispersante usada en general estaría en el intervalo de 0,1 a 2,0% en peso, basado en el peso del material sólido inorgánico en partículas seco. La suspensión se puede triturar adecuadamente a una temperatura en el intervalo de 4°C a 100°C.

Otros aditivos que se pueden incluir durante la etapa de microfibrilación incluyen, carboximetilcelulosa, carboximetilcelulosa anfótera, agentes oxidantes, 2,2,6,6-tetrametilpiperidina-1-oxilo (TEMPO), derivados de TEMPO y enzimas que degradan la madera.

El pH de la suspensión de material que se va a triturar puede ser aproximadamente 7 o mayor que aproximadamente 7 (es decir, básico), por ejemplo, el pH de la suspensión puede ser aproximadamente 8, o aproximadamente 9, o aproximadamente 10, o aproximadamente 11. El pH de la suspensión del material que se va a triturar puede ser menor de aproximadamente 7 (es decir, ácido), por ejemplo, el pH de la suspensión puede ser aproximadamente 6, o aproximadamente 5, o aproximadamente 4, o aproximadamente 3. El pH de la suspensión de material que se va a triturar se puede ajustar por adición de una cantidad adecuada de ácido o base. Las bases adecuadas incluyen hidróxidos de metales alcalinos, tales como, por ejemplo NaOH. Otras bases adecuadas son carbonato sódico y amoníaco. Los ácidos adecuados incluyen ácidos inorgánicos, tales como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico o ácidos orgánicos. Un ácido ilustrativo es el ácido ortofosfórico.

La cantidad del material inorgánico en partículas y la pasta de celulosa en la mezcla que se va a cotriturar puede variar en una relación de aproximadamente 99,5:0,5 a aproximadamente 0,5:99,5, basado en el peso seco del material inorgánico en partículas y la cantidad de fibra seca en la pasta, por ejemplo, una relación de aproximadamente 99,5:0,5 a aproximadamente 50:50 basado en el peso seco del material inorgánico en partículas y la cantidad de fibra seca en la pasta. Por ejemplo, la relación de la cantidad de material inorgánico en partículas y fibra seca puede ser de aproximadamente 99,5:0,5 a aproximadamente 70:30. En una realización, la relación del material inorgánico en partículas a la fibra seca es aproximadamente 80:20, o por ejemplo, aproximadamente 85:15, o aproximadamente 90:10, o aproximadamente 91:9, o aproximadamente 92:8, o aproximadamente 93:7, o aproximadamente 94:6, o aproximadamente 95:5, o aproximadamente 96:4, o aproximadamente 97:3, o aproximadamente 98:2, o aproximadamente 99:1. En una realización preferida, la relación en peso del material inorgánico en partículas a la fibra seca es aproximadamente 95:5. En otra realización preferida, la relación del material inorgánico en partículas a la fibra seca es aproximadamente 90:10. En otra realización preferida, la relación en peso del material inorgánico en partículas a la fibra seca es aproximadamente 85:15. En otra realización preferida, la relación en peso del material inorgánico en partículas a la fibra seca es aproximadamente 80:20.

El aporte energético total en un procedimiento de trituración típico para obtener la composición de suspensión acuosa deseada puede ser típicamente entre aproximadamente 100 y 1500 kWh⁻¹ basado en el peso seco total de la carga inorgánica en partículas. El aporte energético total puede ser menor que aproximadamente 1000 kWh⁻¹, por ejemplo, menor que aproximadamente 800 kWh⁻¹, menor que aproximadamente 600 kWh⁻¹, menor que aproximadamente 500 kWh⁻¹, menor que aproximadamente 400 kWh⁻¹, menor que aproximadamente 300 kWh⁻¹, o menor que aproximadamente 200 kWh⁻¹. Así pues, los autores de la presente invención han encontrado sorprendentemente que una pasta de celulosa se puede microfibrilar con un aporte energético relativamente bajo cuando se cotritura en presencia del material inorgánico en partículas. Como será evidente, el aporte energético total por tonelada de fibra seca en el sustrato fibroso que comprende celulosa será menor que aproximadamente 10.000

kWh⁻¹, por ejemplo, menor que aproximadamente 9000 kWh⁻¹, o menor que aproximadamente 8000 kWh⁻¹, o menor que aproximadamente 7000 kWh⁻¹, o menor que aproximadamente 6000 kWh⁻¹, o menor que aproximadamente 5000 kWh⁻¹, por ejemplo menor que aproximadamente 4000 kWh⁻¹, menor que aproximadamente 3000 kWh⁻¹, menor que aproximadamente 2000 kWh⁻¹, menor que aproximadamente 1500 kWh⁻¹, menor que aproximadamente 1200 kWh⁻¹, menor que aproximadamente 1000 kWh⁻¹, o menor que aproximadamente 800 kWh⁻¹. El aporte total de energía varía dependiendo de la cantidad de fibra seca en el sustrato fibroso que se microfibrila, y opcionalmente la velocidad de trituración y la duración de la trituración.

- Homogeneización

La microfibrilación del sustrato fibroso que comprende celulosa se puede realizar en condiciones húmedas en presencia del material inorgánico en partículas por un método en el que la mezcla de pasta de celulosa y material inorgánico en partículas se presuriza (por ejemplo, a una presión de aproximadamente 500 bar) y después se pasa a una zona de menor presión. La velocidad a la que la mezcla se pasa a la zona de presión baja es suficientemente alta y la presión de la zona de presión baja es suficientemente baja para producir la microfibrilación de las fibras de celulosa. Por ejemplo, la bajada de presión se puede realizar forzando la mezcla a través de una abertura anular que tiene un orificio de entrada estrecho con un orificio de salida mucho mayor. La disminución drástica de presión cuando la mezcla se acelera en un volumen mayor (es decir, una zona de menor presión) induce cavitación lo que produce microfibrilación. En una realización, la microfibrilación del sustrato fibroso que comprende celulosa se puede realizar en un homogeneizador en condiciones húmedas en presencia del material inorgánico en partículas. En el homogeneizador, la mezcla de pasta de celulosa-material inorgánico en partículas se presuriza (por ejemplo, a una presión de aproximadamente 500 bar), y se fuerza a través de una boquilla u orificio pequeño. La mezcla se puede presurizar a una presión de aproximadamente 100 a aproximadamente 1000 bar, por ejemplo a una presión igual o mayor que 300 bar, o igual o mayor que aproximadamente 500, o igual o mayor que aproximadamente 200 bar, o igual o mayor que aproximadamente 700 bar. La homogeneización somete las fibras a fuerzas de cizalladura altas de modo que cuando la pasta de celulosa presurizada sale de la boquilla u orificio, la cavitación produce microfibrilación de las fibras de celulosa en la pasta. Se puede añadir agua adicional para mejorar la fluidez de la suspensión a través del homogeneizador. La suspensión acuosa resultante que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas se puede volver a alimentar a la entrada del homogeneizador para múltiples pasos a través del homogeneizador. En una realización preferida, el material inorgánico en partículas es un mineral de estructura laminar, tal como el caolín. Por lo tanto, la homogeneización no solo facilita la microfibrilación de la pasta de celulosa, sino también facilita la deslaminación del material en partículas de estructura laminado.

Un material en partículas laminado, tal como el caolín, se entiende que tiene un factor de forma de al menos aproximadamente 10, por ejemplo, al menos aproximadamente 15, o al menos aproximadamente 20, o al menos aproximadamente 30, o al menos aproximadamente 40, o al menos aproximadamente 50, o al menos aproximadamente 60, o al menos aproximadamente 70, o al menos aproximadamente 80, o al menos aproximadamente 90, o al menos aproximadamente 100. El factor de forma, como se usa en la presente memoria, es una medida de la relación del diámetro de partícula al grosor de partícula para una población de partículas de tamaño y forma que varían, medido usando métodos, aparatos y ecuaciones de conductividad eléctrica, descritos en la patente de EE.UU. n° 5.576.617.

Una suspensión de un material inorgánico en partículas laminado, tal como el caolín, se puede tratar en el homogeneizador a una distribución del tamaño de partículas predeterminado en ausencia del sustrato fibroso que comprende celulosa, después de lo cual el material fibroso que comprende celulosa se añade a la suspensión acuosa del material inorgánico en partículas y la suspensión combinada se procesa en el homogeneizador como se ha descrito antes. El procedimiento de homogeneización se continua, incluyendo uno o más pasos a través del homogeneizador, hasta que se ha obtenido el nivel de microfibrilación deseado. Igualmente, el material inorgánico en partículas laminado se puede tratar en un triturador hasta una distribución del tamaño de partículas predeterminada y después combinar con el material fibroso que comprende celulosa seguido de procesamiento en el homogeneizador.

Un homogeneizador de ejemplo es un homogeneizador Manten Gaulin (APV).

Después de llevarse a cabo la etapa de microfibrilación, la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas se puede cribar para separar la fibra por encima de un determinado tamaño y separar cualquier medio de trituración. Por ejemplo, la suspensión se puede someter a cribado usando un tamiz que tiene un tamaño de aberturas nominal seleccionado con el fin de separar fibras que no pasan a través del tamiz. El tamaño de aberturas nominal significa la separación central nominal de lados opuestos de una abertura cuadrada o el diámetro nominal de una abertura redonda. El tamiz puede ser un tamiz BSS (de acuerdo con BS 1796) que tiene un tamaño de aberturas nominal de 150 µm, por ejemplo, un tamaño de aberturas nominal de 125 µm, o 106 µm, o 90 µm, o 74 µm, o 63 µm, o 53 µm, 45 µm, o 38 µm. En una realización, la suspensión acuosa se criba usando un tamiz que tiene una abertura nominal de 125 µm. Después opcionalmente se puede eliminar el agua de la suspensión acuosa.

La suspensión acuosa

Las suspensiones acuosas de esta invención producidas de acuerdo con los métodos descritos antes son adecuadas para usar en un método para hacer papel o papel revestido.

Así pues, la presente invención se dirige a una suspensión acuosa que comprende, consiste en, o consiste esencialmente en celulosa microfibrilada y un material inorgánico en partículas y otros aditivos opcionales. La suspensión acuosa es adecuada para usar en un método para hacer papel o papel revestido. Los otros aditivos opcionales incluyen dispersante, biocida, auxiliares de suspensión, sal(es) y otros aditivos, por ejemplo, almidón o carboximetilcelulosa o polímeros, que pueden facilitar la interacción de las partículas de mineral y fibras durante o después de la trituración.

El material inorgánico en partículas puede tener una distribución del tamaño de partículas tal que al menos aproximadamente 10% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 20% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 30% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 40% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 50% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 60% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 70% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 80% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 90% en peso, por ejemplo al menos aproximadamente 95% en peso, o por ejemplo aproximadamente 100% de las partículas tienen un e.s.d. menor que 2 μm .

En otra realización, el material inorgánico en partículas puede tener una distribución del tamaño de partículas, medido por una máquina Malvern Mastersizer S, de modo que al menos aproximadamente 10% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 20% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 30% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 40% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 50% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 60% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 70% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 80% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 90% en volumen, por ejemplo al menos aproximadamente 95% en volumen, o por ejemplo aproximadamente 100% en volumen de las partículas tienen un e.s.d. menor que 2 μm .

La cantidad de material inorgánico en partículas y pasta de celulosa en la mezcla que se va a cotriturar puede variar en una relación de aproximadamente 99,5:0,5 a aproximadamente 0,5:99,5, basado en el peso seco del material inorgánico en partículas y la cantidad de fibra seca en la pasta, por ejemplo, una relación de aproximadamente 99,5:0,5 a aproximadamente 50:50 basado en el peso seco del material inorgánico en partículas y la cantidad de fibra seca en la pasta. Por ejemplo, la relación de la cantidad de material inorgánico en partículas y fibra seca puede ser de aproximadamente 99,5:0,5 a aproximadamente 70:30. En una realización, la relación del material inorgánico en partículas a la fibra seca es aproximadamente 80:20, o por ejemplo, aproximadamente 85:15, o aproximadamente 90:10, o aproximadamente 91:9, o aproximadamente 92:8, o aproximadamente 93:7, o aproximadamente 94:6, o aproximadamente 95:5, o aproximadamente 96:4, o aproximadamente 97:3, o aproximadamente 98:2, o aproximadamente 99:1. En una realización preferida, la relación en peso del material inorgánico en partículas a la fibra seca es aproximadamente 95:5. En otra realización preferida, la relación en peso del material inorgánico en partículas a la fibra seca es aproximadamente 90:10. En otra realización preferida, la relación en peso del material inorgánico en partículas a la fibra seca es aproximadamente 85:15. En otra realización preferida, la relación en peso del material inorgánico en partículas a la fibra seca es aproximadamente 80:20.

En una realización, la composición no incluye fibras demasiado grandes para pasar a través de un tamiz BSS (de acuerdo con BS 1796) que tiene un tamaño de aberturas nominal de 150 μm , por ejemplo, un tamaño de aberturas nominal de 125 μm , 106 μm , o 90 μm , o 74 μm , o 63 μm , o 53 μm , 45 μm , o 38 μm . En una realización, la suspensión acuosa se criba usando un tamiz BBS que tiene una abertura nominal de 125 μm .

Por lo tanto, se entenderá que la cantidad (es decir, el % en peso) de celulosa microfibrilada en la suspensión acuosa después de trituración u homogeneización puede ser menor que la cantidad de fibra seca en la pasta si la suspensión triturada u homogeneizada se trata para separar las fibras por encima de un tamaño seleccionado. Por lo tanto, las cantidades relativas de pasta y material inorgánico en partículas alimentadas al triturador u homogeneizador se pueden ajustar dependiendo de la cantidad de celulosa microfibrilada que se requiere en la suspensión acuosa después de separar las fibras por encima de un tamaño seleccionado.

En una realización, el material inorgánico en partículas es un carbonato de metal alcalinotérreo, por ejemplo, carbonato de calcio. El material inorgánico en partículas puede ser carbonato de calcio triturado (GCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC), o una mezcla de GCC y PC. En otra realización, el material inorgánico en partículas es un mineral laminado de forma natural, por ejemplo, caolín. El material inorgánico en partículas puede ser una mezcla de caolín y carbonato de calcio, por ejemplo, una mezcla de caolín y GCC, o una mezcla de caolín y PCC, o una mezcla de caolín, GCC y PCC.

En otra realización, la suspensión acuosa se trata para separar al menos una parte o sustancialmente toda el agua para formar un producto parcialmente seco o esencialmente completamente seco. Por ejemplo, se puede separar al menos aproximadamente 10% en volumen de agua en la suspensión acuosa de la suspensión acuosa, por ejemplo, se puede separar al menos aproximadamente 20% en volumen, o al menos aproximadamente 30% en volumen, o al menos aproximadamente 40% en volumen, o al menos aproximadamente 50% en volumen, o al menos aproximadamente 60% en volumen, o al menos aproximadamente 70% en volumen o al menos aproximadamente

80% en volumen o al menos aproximadamente 90% en volumen, o al menos aproximadamente 100% en volumen de agua en la suspensión acuosa. Se puede usar cualquier técnica adecuada para separar el agua de la suspensión acuosa, incluyendo, por ejemplo, por gravedad, drenaje asistido por vacío, con o sin presión o evaporación, o por filtración, o por una combinación de estas técnicas. El producto parcialmente secado o esencialmente completamente secado comprenderá celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas y cualesquiera otros aditivos opcionales que se pueden añadir a la suspensión acuosa antes del secado. El producto parcialmente seco o esencialmente completamente seco se puede almacenar o envasar para vender. El producto parcialmente seco o esencialmente completamente seco opcionalmente se puede rehidratar e incorporar en composiciones para la fabricación de papel y otros productos de papel, como se describe en la presente memoria.

Productos de papel y procedimientos para prepararlos

La suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas se puede incorporar en composiciones para la fabricación de papel. La expresión producto de papel, usado en relación con la presente invención, debe entenderse que significa todas las formas de papel, incluyendo cartón, tales como, por ejemplo, cartón revestido de blanco, cartón para revestimiento, cartulina, cartón revestido, y similares. Hay numerosos tipos de papel, revestido o no revestido, que se pueden hacer de acuerdo con la presente invención, que incluyen papel adecuado para libros, revistas, periódicos, y similares, y papeles para oficina. El papel puede ser calandrado o supercalandrado según sea adecuado; por ejemplo, el papel para revistas supercalandrado para rotograbado e impresión offset se puede hacer de acuerdo con los presentes métodos. El papel adecuado para revestimiento de peso ligero (LWC), revestimiento de peso medio (MWC) o máquina de pigmentación de acabado (MFP) también se puede hacer de acuerdo con los presentes métodos. El papel y cartón revestidos que tienen propiedades de barrera adecuadas para el envasado de alimentos y similares, también se pueden hacer de acuerdo con los presentes métodos.

En un procedimiento de fabricación de papel típico, se prepara una pasta que contiene celulosa por cualquier tratamiento químico o mecánico adecuado, o combinaciones de los mismos, que son todos bien conocidos en la técnica. La pasta puede proceder de cualquier fuente adecuada tal como madera, hierbas (p. ej., caña de azúcar, bambú) o trapos (p. ej., residuos textiles, algodón, cáñamo o lino). La pasta se puede blanquear de acuerdo con procedimientos que son bien conocidos para los expertos en la técnica y los procedimientos adecuados para usar en la presente invención serán fácilmente evidentes. La pasta de celulosa blanqueada se puede batir, refinar o ambos, hasta un refinado de la pasta papelera predeterminado (descrito en la técnica como el grado de refinado canadiense (CSF) en cm^3). Después se prepara una pasta papelera adecuada a partir de la pasta batida y blanqueada.

La composición para la fabricación de papel de la presente invención típicamente comprende, además de la suspensión acuosa de celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas, pasta papelera y otros aditivos convencionales conocidos en la técnica. La composición para la fabricación de papel de la presente invención puede comprender hasta aproximadamente 50% en peso de material inorgánico en partículas procedente de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas basado en el contenido seco total de la composición para la fabricación de papel. Por ejemplo, la composición para la fabricación de papel puede comprender al menos aproximadamente 2% en peso, o al menos aproximadamente 5% en peso, o al menos aproximadamente 10% en peso, o al menos aproximadamente 15% en peso, o al menos aproximadamente 20% en peso, o al menos aproximadamente 25% en peso, o al menos aproximadamente 30% en peso, o al menos aproximadamente 35% en peso, o al menos aproximadamente 40% en peso, o al menos aproximadamente 45% en peso, o al menos aproximadamente 50% en peso, o al menos aproximadamente 60% en peso, o al menos aproximadamente 70% en peso, o al menos aproximadamente 80% en peso de material inorgánico en partículas procedente de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas basado en el contenido seco total de la composición para la fabricación de papel. El material de celulosa microfibrilada se caracteriza por un sesgo de la fibra de 20 a 50, o de aproximadamente 25 a aproximadamente 40, o de aproximadamente 25 a 35, o de aproximadamente 30 a aproximadamente 40. La composición para la fabricación de papel también puede contener un auxiliar de retención no iónico, catiónico o aniónico o sistema de retención de micropartículas en una cantidad en el intervalo de aproximadamente 0,1 a 2% en peso, basado en el peso seco de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas. También puede contener un agente de encolado que puede ser, por ejemplo, un dímero de alquilcetena de cadena larga, una emulsión de cera o un derivado de ácido succínico. La composición también puede contener colorante y/o un agente de brillo óptico. La composición también puede comprender auxiliares de resistencia en seco y mojado, tales como, por ejemplo, almidón o copolímeros de epíclorhidrina.

De acuerdo con el octavo aspecto descrito antes, la presente invención se dirige a un procedimiento para hacer un producto de papel que comprende: (i) obtener o preparar un sustrato fibroso que comprende celulosa en forma de una pasta adecuada para hacer un producto de papel; (ii) preparar una composición para la fabricación de papel a partir de la pasta de la etapa (i), comprendiendo la suspensión acuosa de esta invención celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas, y otros aditivos opcionales (tales como, por ejemplo, un auxiliar de retención y otros aditivos tales como los descritos antes); y (iii) formar un producto de papel a partir de dicha composición para la fabricación de papel. Como se ha indicado antes, la etapa de formación de una pasta puede tener lugar en el recipiente de trituración o el homogeneizador por adición del sustrato fibroso que comprende celulosa en un estado seco, por ejemplo, en forma de un desecho o residuo de papelera seco directamente en el recipiente del triturador.

El entorno acuoso en el recipiente del triturador después facilitará la formación de una pasta.

En una realización, se puede añadir un componente de carga adicional (es decir, un componente de carga distinto del material inorgánico en partículas que se cotritura con el sustrato fibroso que comprende celulosa) a la composición para la fabricación de papel en la etapa (ii). Los componentes de carga de ejemplo son PCC, GCC, caolín o mezclas de los mismos. Un ejemplo de PCC es PCC escalenoédrico. En una realización, la relación en peso del material inorgánico en partículas al componente de carga adicional en la composición de fabricación de papel es de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:30, por ejemplo, de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:20, por ejemplo, de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:15, por ejemplo de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:10, por ejemplo de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:7, por ejemplo, de aproximadamente 1:3 a aproximadamente 1:6, o aproximadamente 1:1, o aproximadamente 1:2, o aproximadamente 1:3, o aproximadamente 1:4, o aproximadamente 1:5. Los productos de papel hechos a partir de dichas composiciones de fabricación de papel pueden presentar una mayor resistencia comparados con los productos de papel que comprenden solo material inorgánico en partículas, tal como por ejemplo, PCC, como carga. Los productos de papel hechos a partir de dichas composiciones para la fabricación de papel pueden presentar mayor resistencia comparados con un producto de papel en el que se preparan el material inorgánico en partículas y un sustrato fibroso que comprende celulosa (p. ej., se trituran) por separado y se mezclan para formar una composición para la fabricación de papel. Igualmente, los productos de papel preparados a partir de una composición para la fabricación de papel de acuerdo con la presente invención, pueden presentar una resistencia que es comparable a los productos de papel que comprenden menos material inorgánico en partículas. En otras palabras, los productos de papel se pueden preparar a partir de una composición para la fabricación de papel de acuerdo con la presente con cantidades de carga mayores sin pérdida de resistencia.

Las etapas en la formación de un producto de papel final a partir de una composición para la fabricación de papel son convencionales y bien conocidas en la técnica, y en general comprenden la formación de hojas de papel que tienen un peso base objetivo, dependiendo del tipo de papel que se está haciendo.

Se pueden lograr beneficios económicos adicionales por los métodos de la presente invención, en cuanto que el sustrato de celulosa para hacer la suspensión acuosa se puede obtener de la misma pasta de celulosa formada para hacer la composición para la fabricación de papel y el producto de papel final. Así pues, y de acuerdo con el noveno aspecto descrito antes, la presente invención se dirige a un procedimiento integrado para hacer un producto de papel que comprende: (i) obtener o preparar un sustrato fibroso que comprende celulosa en forma de una pasta adecuada para hacer un producto de papel; (ii) microfibrillar una parte de dicho sustrato fibroso que comprende celulosa de acuerdo con el primer aspecto de la invención para preparar una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas; (iii) preparar una composición para la fabricación de papel a partir de la pasta en la etapa (i), la suspensión acuosa preparada en la etapa (ii), y otros aditivos opcionales; y (iv) formar un producto de papel a partir de dicha composición para la fabricación de papel.

Por lo tanto, puesto que el sustrato de celulosa para preparar la suspensión acuosa ya se ha preparado para el fin de hacer las composiciones para la fabricación de papel, la etapa de formar la suspensión acuosa no requiere necesariamente una etapa separada de preparación del sustrato fibroso que comprende celulosa.

Se ha encontrado sorprendentemente que los productos de papel preparados usando la suspensión acuosa de la presente invención presentan propiedades físicas y mecánicas mejoradas mientras que al mismo tiempo permiten incorporar el material inorgánico en partículas en niveles de carga relativamente altos. Por lo tanto, se puede preparar papel mejorado con coste relativamente menor. Por ejemplo, se ha encontrado sorprendentemente que los productos de papel preparados a partir de las composiciones para la fabricación de papel que comprenden la suspensión acuosa de la presente invención presentan mejor retención de la carga de material inorgánico en partículas comparados con los productos de papel que no contienen ninguna celulosa microfibrilada. También se ha encontrado sorprendentemente, que los productos de papel preparados a partir de las composiciones para la fabricación de papel que comprenden la suspensión acuosa de la presente invención, presentan mejor resistencia al estallido y resistencia a la tracción. Además, se ha encontrado que la incorporación de la celulosa microfibrilada reduce la porosidad comparado con el papel que comprende la misma cantidad de carga pero no celulosa microfibrilada. Esto es ventajoso puesto que niveles de carga altos en general están asociados con valores relativamente altos de porosidad y son perjudiciales para la imprimibilidad.

Composición de revestimiento de papel y procedimiento de revestimiento

La suspensión acuosa de la presente invención se puede usar como una composición de revestimiento sin la adición de aditivos adicionales. Sin embargo, opcionalmente, se puede añadir una pequeña cantidad de espesante tal como carboximetilcelulosa o espesantes acrílicos que se hinchan en agua o espesantes asociados.

La composición de revestimiento de acuerdo con la presente invención puede contener uno o más componentes adicionales opcionales, si se desea. Dichos componentes adicionales, cuando están presentes, se seleccionan adecuadamente de aditivos conocidos para las composiciones de revestimiento de papel. Algunos de estos aditivos opcionales pueden proporcionar más de una función en la composición de revestimiento. Los ejemplos de clases conocidas de aditivos opcionales son como sigue:

(a) uno o más pigmentos adicionales: las composiciones descritas en la presente memoria se puede usar como pigmentos solos en las composiciones de revestimiento de papel, o se pueden usar conjuntamente unas con otras o con otros pigmentos conocidos, tales como, por ejemplo, sulfato de calcio, blanco satén y el llamado "pigmento plástico". Cuando se usa una mezcla de pigmentos, el contenido total de sólidos de pigmento está presente preferiblemente en la composición en una cantidad de al menos aproximadamente 75% en peso del peso total de los componentes secos de la composición de revestimiento;

(b) uno o más agentes aglutinantes o coaglutinantes: por ejemplo, látex, que opcionalmente puede estar carboxilado, que incluye: un látex de caucho de estirenobutadieno; un látex de polímero acrílico; un látex de poli(acetato de vinilo); o un látex de copolímero de estireno-acrílico, derivados de almidón, carboximetilcelulosa sódica, poli(alcohol vinílico) y proteínas;

(c) uno o más agentes de reticulación; por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 5% en peso; p. ej., glioxales, resinas de melamina-formaldehído; carbonatos de amonio y circonio; uno o más aditivos de mejora de repelado en seco o húmedo: p. ej., en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, p. ej., resina de melamina, emulsiones de polietileno, urea-formaldehído, melamina-formaldehído, poliamida, estearato cálcico, estireno-anhídrido maleico y otros; uno o más aditivos de resistencia a la abrasión y mejora por fricción en seco o húmedo: p. ej., en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, p. ej., resinas basadas en glioxal, polietilenos oxidados, resinas de melamina, urea-formaldehído, melamina-formaldehído, cera de polietileno, estearato de calcio y otros; uno o más aditivos de resistencia al agua; p. ej., en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, p. ej., polietilenos oxidados, resina de cetona, látex aniónico, poliuretano, SMA, glioxal, resina de melamina, urea-formaldehído, melamina-formaldehído, poliamida, glioxales, estearatos y otros materiales disponibles en el comercio para esta función;

(d) uno o más auxiliares de retención de agua: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, p. ej., carboximetilcelulosa sódica, hidroxietilcelulosa, PVOH (poli(alcohol vinílico), almidones, proteínas, poliacrilatos, gomas, alginatos, poliacrilamida-bentonita, y otros productos disponibles en el mercado vendidos para dichas aplicaciones;

(e) uno o más modificadores de la viscosidad y/o espesantes: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, p. ej., espesantes asociativos acrílicos, poliacrilatos, copolímeros en emulsión, dicianamidas, trioles, éter polioxietylénico, urea, aceite de ricino sulfatado, polivinilpirrolidona, CMC (carboximetilcelulosas, por ejemplo, carboximetilcelulosa sódica), alginato sódico, goma xantana, silicato sódico, copolímeros de ácido acrílico, HMC (hidroximetilcelulosas), HEC (hidroxietilcelulosas) y otros;

(f) uno o más ayudantes de lubricidad/calandrado: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, p. ej., estearato de calcio, estearato de amonio, estearato de cinc, emulsiones de cera, ceras, dímeros de alquil-cetena, glicoles; uno o más aditivos de mantenimiento de tintas brillantes; p. ej., en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, p. ej., polietilenos oxidados, emulsiones de polietileno, ceras, caseína, goma guar, CMC, HMC, estearato de calcio, estearato de amonio, alginato sódico y otros;

(g) uno o más dispersantes: el dispersante es un aditivo químico capaz, cuando está presente en suficiente cantidad, de actuar sobre las partículas del material inorgánico en partículas para prevenir o limitar eficazmente la floculación o aglomeración de las partículas en una medida deseada, de acuerdo con los requisitos de procesamiento normales. El dispersante puede estar presente en niveles de hasta aproximadamente 1% en peso, e incluye, por ejemplo, polielectrolitos, tales como poliacrilatos y copolímeros que contienen especies de poliacrilato, en especial sales de poliacrilato (p. ej., sodio y aluminio opcionalmente con un fosfato sódico condensado con el grupo II), tensioactivos no iónicos, alcanolamina y otros reactivos usados habitualmente para esta función. El dispersante se puede seleccionar, por ejemplo, de materiales dispersantes convencionales usados habitualmente en el procesamiento y trituración de materiales inorgánicos en partículas. Dichos dispersantes serán reconocidos por los expertos en la técnica. En general son sales solubles en agua capaces de suministrar especies aniónicas que en sus cantidades eficaces se pueden adsorber sobre la superficie de las partículas inorgánicas y de esta forma inhibir la agregación de las partículas. Las sales no solvatadas incluyen adecuadamente cationes de metales alcalinos tales como sodio. Se puede ayudar a la solvatación en algunos casos haciendo la suspensión acuosa ligeramente alcalina. Los ejemplos de dispersantes adecuados incluyen: fosfatos condensados solubles en agua, p. ej., sales de polimetafosfato [forma general de sales de sodio (NaPO_3)] tales como metafosfato de tetrasodio o el llamado "hexametafosfato sódico" (sal de Graham); sales de poli(ácido silícico) solubles en agua; polielectrolitos; sales de homopolímeros o copolímeros de ácido acrílico o ácido metacrílico, o sales de polímeros de otros derivados de ácido acrílico, que tienen adecuadamente un peso molecular medio ponderado menor de aproximadamente 20.000. Se prefieren en especial de hexametafosfato sódico y el poli(acrilato sódico), este último con un peso molecular medio ponderado en el intervalo de aproximadamente 1.500 a aproximadamente 10.000;

(h) uno o más antiespumantes: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 1% en peso, p. ej., mezclas de tensioactivos, fosfato de tributilo, ésteres grasos polioxietylénicos más alcoholes grasos, jabones de ácidos grasos, emulsiones de silicona y otras composiciones que contienen silicona, cera y materiales inorgánicos en partículas en aceite mineral, mezclas de hidrocarburos emulsionados y otros compuestos vendidos en el mercado para llevar a cabo esta función;

(i) uno o más agentes de abrillantamiento óptico (OBA) y agentes de blanqueamiento fluorescentes (FWA): por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 1% en peso, p. ej., derivados de estilbeno;

(j) uno o más colorantes: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 0,5% en peso;

5 (k) uno o más agentes biocidas/de control de la descomposición: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 1% en peso, p. ej., biocidas oxidantes tales como cloro gaseoso, dióxido de cloro gaseoso, hipoclorito sódico, hipobromito sódico, hidrógeno, peróxido, óxido peracético, bromuro amónico/hipoclorito sódico, o biocidas no oxidantes tales como GLUT (Glutaraldehído, CAS N° 90045-36-6), ISO (CIT/MIT) (Isotiazolinona, CAS N° 55956-84-9 y 96118-96-6), ISO (BIT/MIT) (Isotiazolinona), ISO (BIT) (Isotiazolinona, CAS N° 2634-33-5), DBNPA, BNPD (Bronopol), NaOPP, carbamato, tiona (Dazomet), EDDM - dimetanol (O-formial), HT - Triazina (N-formial), THPS - tetrakis(O-formial), TMAD - diurea (N-formial), metaborato, dodecibencenosulfonato sódico, tiocianato, organosulfuro, benzoato sódico y otros compuestos vendidos en el mercado para esta función, p. ej., la variedad de polímeros biocidas vendidos por Nalco;

10 (l) uno o más auxiliares de nivelado e igualado: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, p. ej., poliol no iónico, emulsiones de polietileno, ácido graso, derivados de ésteres y alcoholes, alcohol/óxido de etileno, estearato de calcio y otros compuestos vendidos en el mercado para esta función;

15 (m) uno o más aditivos de resistencia a la grasa y aceite: por ejemplo, en niveles de hasta aproximadamente 2% en peso, p. ej., polietilenos oxidados, látex, SMA (estireno-anhídrido maleico), poliamida, ceras, alginato, proteína, CMC, y HMC.

20 Cualquiera de los aditivos anteriores y tipos de aditivos se pueden usar solos o mezclados entre sí y con otros aditivos, si se desea.

Para todos los aditivos anteriores, los porcentajes en peso indicados se basan en el peso seco del material inorgánico en partículas (100%) presente en la composición. Cuando el aditivo está presente en una cantidad mínima, la cantidad mínima puede ser aproximadamente 0,01% en peso, basado en el peso seco de pigmento

25 El procedimiento de revestimiento se lleva a cabo usando técnicas convencionales que son bien conocidas para el experto en la técnica. El procedimiento de revestimiento también puede implicar el calandrado o supercalandrado del producto revestido.

30 Los métodos de revestimiento de papel y otros materiales de hojas, y los aparatos para llevar a cabo los métodos, están ampliamente publicados y son bien conocidos. Dichos métodos y aparatos conocidos se pueden usar de forma conveniente para preparar papel revestido. Por ejemplo, hay una revisión de dichos métodos publicada en *Pulp and Paper International*, Mayo 1994, página 18 y siguientes. Las hojas se pueden revestir en la máquina de formación de hojas, es decir, "en la máquina" o "fuera de la máquina" en una revestidora o máquina de revestimiento. Es deseable el uso de composiciones con alto contenido de sólidos en el método de revestimiento porque deja que posteriormente se evapore menos agua. Sin embargo, como se conoce bien en la técnica, el nivel de sólidos no debe ser tan alto que se introduzcan problemas de alta viscosidad y nivelado. Los métodos de revestimiento se pueden realizar usando un aparato que comprende (i) una aplicación para aplicar la composición de revestimiento al material que se va a revestir, y (ii) un dispositivo dosificador para asegurar que se aplica un nivel correcto de composición de revestimiento, el dispositivo dosificador está corriente abajo del mismo. Alternativamente, se puede aplicar la cantidad correcta de la composición de revestimiento al aplicador mediante el dispositivo dosificador, p. ej., como una prensa de película. En los puntos de aplicación y dosificación del revestimiento, el soporte del papel continuo varía de un rodillo de apoyo, p. ej., mediante uno o dos aplicadores, a nada (es decir, solo tensión). El tiempo que el revestimiento está en contacto con el papel antes de que se retire finalmente el exceso es el tiempo de parada, y este puede ser corto, largo o variable.

35 El revestimiento habitualmente se añade mediante una cabeza de revestimiento en una estación de revestimiento. De acuerdo con la calidad deseada, los grados de papel son no revestido, un solo revestimiento, doble revestimiento e incluso triple revestimiento. Cuando se proporciona más de un revestimiento, el revestimiento inicial (prerrevestimiento) puede tener una formulación más barata y opcionalmente pigmento más grueso en la composición de revestimiento. Un dispositivo de revestimiento que aplica el revestimiento en cada lado del papel tendrá dos o cuatro cabezas de revestimiento, dependiendo del número de capas de revestimiento aplicadas en cada lado. La mayoría de las cabezas de revestimiento aplican revestimiento solo en un lado cada vez, pero algunos revestidores de rodillo (p. ej., prensas de película, rodillos de compuerta, y prensas de encolado) revisten ambos lados en una pasada.

40 Los ejemplos de revestidoras conocidas que se pueden usar incluyen, sin limitación, revestidoras de cuchilla neumática, revestidoras de paletas, revestidoras barra con rodillos, revestidoras de barras, revestidoras de múltiples cabezas, revestidora de rodillos, revestidora de rodillos o paletas, revestidoras de alto brillo, revestidoras de laboratorio, revestidoras de grabado, revestidoras recubridoras, sistemas de aplicación líquidos, revestidoras de rodillos inversos, revestidoras de cortina, revestidoras de pulverización y revestidoras de extrusión.

Se puede añadir agua a los sólidos que comprenden la composición de revestimiento para dar una concentración de

sólidos que preferiblemente es tal que, cuando la composición se aplica sobre una hoja con un peso de revestimiento objetivo deseado, la composición tiene una reología que es adecuada para permitir que la composición se aplique con una presión (es decir, una presión de paleta) de entre 1 y 1,5 bar.

5 El calandrado es un procedimiento bien conocido en el que se mejora la lisura y brillo del papel y se reduce el abultamiento pasando una hoja de papel revestido entre rodillos o laminadores una o más veces. Normalmente, se usan laminadores recubiertos de elastómero para dar presión a las composiciones de alto contenido de sólidos. Se puede aplicar una temperatura elevada. Se puede aplicar uno o más pasos (p. ej., hasta aproximadamente 12, o a veces superior) a través de los rodillos.

10 Los productos de papel revestido preparados de acuerdo con la presente invención y que contienen agente de abrillantamiento óptico en el revestimiento, pueden presentar un brillo medio de acuerdo con la norma ISO 11475 que es al menos 2 unidades mayor, por ejemplo, al menos 3 unidades mayor, comparado con un producto de papel revestido que no comprende la celulosa microfibrilada, que se ha preparado de acuerdo con la presente invención. Los productos de papel revestido de acuerdo con la presente invención pueden presentar una lisura Parker Print Surf medida de acuerdo con la norma ISO 8971-4 (1992) que es al menos 0,5 μm más lisa, por ejemplo al menos 15 aproximadamente 0,6 μm más lisa, o al menos aproximadamente 0,7 μm más lisa, comparados con un producto de papel revestido que no comprende celulosa microfibrilada que se ha preparado de acuerdo con la presente invención.

Para evitar dudas, la presente solicitud se dirige a la materia descrita en los siguientes párrafos numerados:

20 1. Un producto de papel que comprende una composición de revestimiento de papel que incluye una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, en donde el producto de papel tiene:

i) una primera resistencia a la tracción mayor que una segunda resistencia a la tracción del producto de papel que comprende la composición de revestimiento de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas;

25 ii) una primera resistencia al desgarro mayor que una segunda resistencia al desgarro del producto de papel que comprende la composición de revestimiento de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o

iii) un primer brillo mayor que un segundo brillo del producto de papel que comprende la composición de revestimiento de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, y/o

30 iv) una primera resistencia al estallido mayor que una segunda resistencia al estallido del producto de papel que comprende la composición de revestimiento de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o

35 v) un primer coeficiente de dispersión de la luz de la hoja mayor que un segundo coeficiente de dispersión de la luz de la hoja del producto de papel que comprende la composición de revestimiento de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o

v) una primera porosidad menor que una segunda porosidad del producto de papel que comprende la composición de revestimiento de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas.

40 2. El producto de papel del párrafo 1, en donde la composición de revestimiento de papel comprende un revestimiento funcional para el envasado de líquidos, revestimientos de barrera o aplicaciones de electrónica impresa.

3. El producto de papel del párrafo 1 o 2, que además comprende un segundo revestimiento que comprende un polímero, un metal, una composición acuosa, o una combinación de los mismos.

45 4. El producto de papel de los párrafos 1, 2 o 3, que además tiene una primera velocidad de transmisión de vapor húmedo (MVTR) mayor que una segunda MVTR del producto de papel que comprende la composición de revestimiento de papel desprovista de una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas.

50 5. El producto de papel de cualquiera de los párrafos 1-4, en donde el papel comprende de aproximadamente 25% en peso a aproximadamente 35% en peso de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas.

Microfibrilación en ausencia del material inorgánico en partículas triturable

En otro aspecto, la presente invención se dirige a un método para preparar una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada, comprendiendo el método una etapa de microfibrilación de un sustrato fibroso que

comprende celulosa en un entorno acuoso, por trituración en presencia de un medio de trituración que se va a separar después de completarse la trituración, en donde la trituración se lleva a cabo en un molino de torre o un triturador de cribado, y en donde la trituración se lleva a cabo en ausencia del material inorgánico en partículas triturable.

- 5 Un material inorgánico en partículas triturable es un material que se trituraría en presencia del medio de trituración.

El medio de trituración en partículas puede ser de un material natural o sintético. El medio de trituración puede comprender, por ejemplo, bolas, perlas o pelets de cualquier mineral, material cerámico o metálico duro. Dichos materiales pueden incluir, por ejemplo, alúmina, circonia, silicato de circonio, silicato de aluminio o el material rico en mullita que es producido por calcinación de la arcilla caolinítica a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 1300°C a aproximadamente 1800°C. Por ejemplo, en algunas realizaciones, se prefiere un medio de trituración Carbolite®. Alternativamente, se pueden usar partículas de arena natural de un tamaño de partículas adecuado.

En general, el tipo de y el tamaño de las partículas del medio de trituración que se selecciona para usar en la invención, puede depender de propiedades tales como, p. ej., el tamaño de partículas y la composición química, la suspensión de alimentación del material que se va a triturar. Preferiblemente, el medio de trituración en partículas comprende partículas que tienen un diámetro medio en el intervalo de aproximadamente 0,5 mm a aproximadamente 6 mm. En una realización, las partículas tienen un diámetro medio de al menos aproximadamente 3 mm.

El medio de trituración puede comprender partículas que tienen una gravedad específica de al menos aproximadamente 2,5. El medio de trituración puede comprender partículas que tienen una gravedad específica de al menos aproximadamente 3, o al menos aproximadamente 4 o al menos aproximadamente 5, o al menos aproximadamente 6.

El medio (o medios) de trituración puede estar presente en una cantidad de hasta aproximadamente 70% en volumen de la carga. El medio de trituración puede estar presente en una cantidad de al menos aproximadamente 10% en volumen de la carga, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 30% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 40% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 50% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 60% en volumen de la carga.

El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede microfibrilar para obtener celulosa microfibrilada que tenga un d_{50} en el intervalo de aproximadamente 5 μm a aproximadamente 500 μm , medido por dispersión de la luz láser. El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede microfibrilar para obtener celulosa microfibrilada que tiene un d_{50} igual a o menor de aproximadamente 400 μm , por ejemplo, por ejemplo igual a o menor de aproximadamente 300 μm , o igual a o menor de aproximadamente 200 μm , o igual a o menor de aproximadamente 150 μm , o igual a o menor de aproximadamente 125 μm , o igual a o menor de aproximadamente 100 μm , o igual a o menor de aproximadamente 90 μm , o igual a o menor de aproximadamente 80 μm , o igual a o menor de aproximadamente 70 μm , o igual a o menor de aproximadamente 60 μm , o igual a o menor de aproximadamente 50 μm , o igual a o menor de aproximadamente 40 μm , o igual a o menor de aproximadamente 30 μm , o igual a o menor de aproximadamente 20 μm , o igual a o menor de aproximadamente 10 μm .

El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede microfibrilar para obtener celulosa microfibrilada que tiene un tamaño de partículas de fibra modal en el intervalo de aproximadamente 0,1-500 μm , medido por dispersión de la luz láser. El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede microfibrilar en presencia para obtener celulosa microfibrilada que tiene un tamaño de partículas de fibra modal de al menos aproximadamente 0,5 μm , por ejemplo, al menos aproximadamente 10 μm , o al menos aproximadamente 50 μm , o al menos aproximadamente 100 μm , o al menos aproximadamente 150 μm , o al menos aproximadamente 200 μm , o al menos aproximadamente 300 μm , o al menos aproximadamente 400 μm .

El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede microfibrilar para obtener celulosa microfibrilada que tiene un sesgo de la fibra de 10 a 50, medida por Malvern (dispersión de la luz láser.). El sesgo de la fibra (es decir, el sesgo de la distribución de tamaño de partículas de las fibras) se determina mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Sesgo} = 100 \times (d_{30}/d_{70})$$

Más en particular, la celulosa microfibrilada puede tener un sesgo de la fibra de aproximadamente 25 a aproximadamente 40, o de aproximadamente 25 a aproximadamente 35, o de aproximadamente 30 a aproximadamente 40.

En una realización, el recipiente de trituración es un molino de torre. El molino de torre puede comprender una zona estática encima de una o más zonas de trituración. Una zona estática es una región situada hacia la parte superior del interior del molino de torre en la que tiene lugar una trituración mínima o no hay trituración y comprende celulosa microfibrilada y material inorgánico en partículas. La zona estática es una región en la que partículas del medio de trituración sedimentan en una o más zonas de trituración del molino de torre.

El molino de torre puede comprender un clasificador encima de una o más zonas de trituración. En una realización, el clasificador está montado en la parte superior y situado adyacente a una zona estática. El clasificador puede ser un hidrociclón.

- 5 El molino de torre puede comprender un tamiz encima de una o más zonas de trituración. En una realización, el tamiz está situado adyacente a una zona estática y/o un clasificador. El tamiz puede estar diseñado para separar el medio de trituración de la suspensión acuosa de producto que comprende celulosa microfibrilada y para potenciar la sedimentación del medio de trituración.

- 10 En una realización, la trituración se lleva a cabo en condiciones de flujo pistón. En condiciones de flujo pistón, el flujo a través de la torre es tal que hay mezcla limitada de los materiales de trituración a través de la torre. Esto significa que en diferentes puntos a lo largo de la longitud del molino de torre, la viscosidad del entorno acuoso variará al aumentar la finura de la celulosa microfibrilada. Por lo tanto, en efecto, la región de trituración en el molino de torre se puede considerar que comprende una o más zonas de trituración que tienen una viscosidad característica. Un experto en la técnica entenderá que no hay límites marcados entre zonas adyacentes con respecto a la viscosidad.

- 15 En una realización, se añade agua a la parte superior del molino próxima a la zona estática o el clasificador o el tamiz encima de una o más zonas de trituración para reducir la viscosidad de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada en estas zonas en el molino. Mediante la dilución del producto de celulosa microfibrilada en este punto en el molino, se ha encontrado que mejora la prevención del arrastre del medio de trituración a la zona estática y/o el clasificador y/o el tamiz. Además, el mezclamiento limitado a lo largo de la torre permite el procesamiento de mayor contenido de sólidos más abajo de la torre y diluido en la parte superior con flujo de retorno limitado del agua de dilución de vuelta hacia abajo de la torre en una o más zonas de trituración. Se puede añadir cualquier cantidad de agua adecuada que sea eficaz para diluir la viscosidad de la suspensión acuosa del producto que comprende la celulosa microfibrilada y el material inorgánico en partículas. El agua se puede añadir continuamente durante el procedimiento de trituración, o a intervalos regulares o a intervalos irregulares.

- 25 En otra realización, se puede añadir agua a una o más zonas de trituración por uno o más puntos de inyección del agua situados a lo largo de la longitud del molino de torre, estando el punto o cada punto de inyección de agua situado en una posición que corresponde a una o más zonas de trituración. Ventajosamente, la capacidad de añadir agua en diferentes puntos a lo largo de la torre permite el mayor ajuste de las condiciones de trituración en cualquier o todas las posiciones a lo largo del molino.

- 30 El molino de torre puede comprender un eje impulsor vertical equipado con una serie de discos rotores impulsores a lo largo de su longitud. La acción de los discos rotores impulsores crea una serie de zonas de trituración discretas a lo largo del molino.

- 35 En otra realización, la trituración se lleva a cabo en un triturador de cribado, preferiblemente un Stirred media detritor. El triturador de cribado puede comprender uno o más tamices que tienen un tamaño de aberturas nominal de al menos aproximadamente 250 μm , por ejemplo, el uno o más tamices pueden tener un tamaño de aberturas nominal de al menos aproximadamente 300 μm , o al menos aproximadamente 350 μm , o al menos aproximadamente 400 μm , o al menos aproximadamente 450 μm , o al menos aproximadamente 500 μm , o al menos aproximadamente 550 μm , o al menos aproximadamente 600 μm , o al menos aproximadamente 650 μm , o al menos aproximadamente 700 μm , o al menos aproximadamente 750 μm , o al menos aproximadamente 800 μm , o al menos aproximadamente 850 μm , o al menos aproximadamente 900 μm , o al menos aproximadamente 1000 μm .

- 40 Los tamaños de los tamices indicados inmediatamente antes se pueden aplicar a las realizaciones del molino de torre descritas antes.

- 45 Como se ha indicado antes, la trituración se puede llevar a cabo en presencia de un medio de trituración. En una realización, el medio de trituración es un medio grueso que comprende partículas que tienen un diámetro medio en el intervalo de aproximadamente 1 mm a aproximadamente 6 mm, por ejemplo aproximadamente 2 mm, o aproximadamente 3 mm, o aproximadamente 4 mm, o aproximadamente 5 mm.

- En otra realización, el medio de trituración tiene una gravedad específica de al menos aproximadamente 2,5, por ejemplo, al menos aproximadamente 3, o al menos aproximadamente 3,5, o al menos aproximadamente 4,0, o al menos aproximadamente 4,5, o al menos aproximadamente 5,0, o al menos aproximadamente 5,5, o al menos aproximadamente 6,0.

- 50 Como se ha descrito antes, el medio (o medios) de trituración pueden estar presentes en una cantidad de hasta aproximadamente 70% en volumen de la carga. El medio de trituración puede estar presente en una cantidad de al menos aproximadamente 10% en volumen de la carga, por ejemplo, al menos aproximadamente 20% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 30% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 40% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 50% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente 60% en volumen de la carga.

- 55 En una realización, el medio de trituración está presente en una cantidad de aproximadamente 50% en volumen de la carga.

Por "carga" se entiende la composición que es la alimentación alimentada al recipiente de trituración. La carga incluye agua, medio de trituración, sustrato fibroso que comprende celulosa, y cualesquiera otros aditivos opcionales (distintos de los descritos en la presente memoria).

- 5 El uso de un medio relativamente grueso y/o denso tiene la ventaja de mejores tasas de sedimentación (es decir, más rápida) y menor medio arrastrado a lo largo de la zona estática y/o clasificador y/o tamiz(tamices).

Una ventaja adicional de usar tamices relativamente gruesos es que se puede usar un medio de trituración relativamente grueso o denso en la etapa de microfibrilación. Además, el uso de tamices relativamente gruesos (es decir, que tiene una abertura nominal de al menos aproximadamente 250 μm) permite procesar y retirar del triturador un producto con contenido de sólidos relativamente alto, que permite que una alimentación con contenido
10 relativamente alto de sólidos (que comprende sustrato fibroso que comprende celulosa y material inorgánico en partículas) sea procesada en un procedimiento económicamente viable. Como se ha discutido antes, se ha encontrado que una alimentación que tiene un contenido de sólidos inicial alto es conveniente en términos de suficiencia energética. Además, también se ha encontrado que el producto producido (a una energía dada) con contenido de sólidos más bajo tiene una distribución del tamaño de partículas más grueso.

- 15 Como se ha descrito en la sección de "Antecedentes" anterior, la presente invención busca abordar el problema de preparar celulosa microfibrilada de forma económica a una escala industrial.

Por lo tanto, de acuerdo con una realización, el sustrato fibroso que comprende celulosa está presente en el entorno acuoso con un contenido de sólidos inicial de al menos aproximadamente 1% en peso. El sustrato fibroso que
20 comprende celulosa puede estar presente en el entorno acuoso con un contenido de sólidos inicial de al menos aproximadamente 2% en peso, por ejemplo, al menos aproximadamente 3% en peso, o al menos aproximadamente 4% en peso. Típicamente, el contenido de sólidos inicial será como máximo aproximadamente 10% en peso.

En otra realización, la trituración se lleva a cabo en una cascada de recipiente de trituración, uno o más de los cuales puede comprender una o más zonas de trituración. Por ejemplo, el sustrato fibroso que comprende celulosa se pueden triturar en una cascada de dos o más recipientes de trituración, por ejemplo, una cascada de tres o más
25 recipientes de trituración, o una cascada de cuatro o más recipientes de trituración, o una cascada de cinco o más recipientes de trituración, o una cascada de seis o más recipientes de trituración, o una cascada de siete o más recipientes de trituración, o una cascada de ocho o más recipientes de trituración, o una cascada de nueve o más recipientes de trituración, o una cascada que comprende hasta diez recipientes de trituración. La cascada de recipientes de trituración puede estar operativamente unida en serie o paralelo o una combinación de serie y
30 paralelo. La salida de y/o la entrada a uno o más de los recipientes de trituración en la cascada puede estar sujeto a una o más etapas de cribado y/o una o más etapas de clasificación.

La energía total gastada en un procedimiento de microfibrilación puede estar distribuida igualmente a lo largo de los recipientes de trituración en cascada. Alternativamente, el aporte de energía puede variar entre algunos o todos los recipientes de trituración en la cascada.

- 35 Un experto en la técnica entenderá que la energía gastada por recipiente puede variar entre recipientes en la cascada dependiendo de la cantidad de sustrato fibroso que se microfibrila en cada recipiente, y opcionalmente la velocidad de trituración en cada recipiente, la duración de la trituración en cada recipiente, el tipo de medio de trituración en cada recipiente. Las condiciones de trituración se pueden variar en cada recipiente en la cascada con el fin de controlar la distribución del tamaño de partículas de la celulosa microfibrilada.

- 40 En una realización, la trituración se lleva a cabo en un circuito cerrado. En otra realización, la trituración se lleva a cabo en un circuito abierto.

Puesto que la suspensión de material que se va a triturar puede ser de una viscosidad relativamente alta, se puede añadir preferiblemente un agente de dispersión adecuado a la suspensión antes de la trituración. El agente de dispersión puede ser, por ejemplo, un fosfato condensado soluble en agua, poli(ácido silícico) o una sal del mismo, o
45 un polielectrolito, por ejemplo una sal soluble en agua de un poli(ácido acrílico) o de un poli(ácido metacrílico) que tiene un peso molecular medio en número no superior a 80.000. La cantidad de agente dispersante usada en general estaría en el intervalo de 0,1 a 2,0% en peso, basado en el peso del material sólido inorgánico en partículas seco. La suspensión se puede triturar adecuadamente a una temperatura en el intervalo de 4°C a 100°C.

- 50 Otros aditivos que se pueden incluir durante la etapa de microfibrilación incluyen: carboximetilcelulosa, carboximetilcelulosa anfótera, agentes oxidantes, 2,2,6,6-tetrametilpiperidina-1-oxilo (TEMPO), derivados de TEMPO y enzimas que degradan la madera.

El pH de la suspensión de material que se va a triturar puede ser aproximadamente 7 o mayor que aproximadamente 7 (es decir, básico), por ejemplo, el pH de la suspensión puede ser aproximadamente 8, o aproximadamente 9, o aproximadamente 10, o aproximadamente 11. El pH de la suspensión del material que se va a triturar puede ser menor de aproximadamente 7 (es decir, ácido), por ejemplo, el pH de la suspensión puede ser
55 aproximadamente 6, o aproximadamente 5, o aproximadamente 4, o aproximadamente 3. El pH de la suspensión de material que se va a triturar se puede ajustar por adición de una cantidad adecuada de ácido o base. Las bases

adecuadas incluyen hidróxidos de metales alcalinos, tales como, por ejemplo NaOH. Otras bases adecuadas son carbonato sódico y amoníaco. Los ácidos adecuados incluyen ácidos inorgánicos, tales como ácido clorhídrico, ácido sulfúrico o ácidos orgánicos. Un ácido ilustrativo es el ácido ortofosfórico.

5 El aporte energético total en un procedimiento de trituración típico para obtener la composición de suspensión acuosa deseada puede estar típicamente entre aproximadamente 100 y 1500 kWh^t⁻¹ basado en el peso seco total de la carga inorgánica en partículas. El aporte energético total puede ser menor que aproximadamente 1000 kWh^t⁻¹, por ejemplo, menor que aproximadamente 800 kWh^t⁻¹, menor que aproximadamente 600 kWh^t⁻¹, menor que aproximadamente 500 kWh^t⁻¹, menor que aproximadamente 400 kWh^t⁻¹, menor que aproximadamente 300 kWh^t⁻¹, o menor que aproximadamente 200 kWh^t⁻¹. Así pues, los autores de la presente invención han encontrado sorprendentemente que una pasta de celulosa se puede microfibrillar con un aporte energético relativamente bajo cuando se cotritura en presencia del material inorgánico en partículas. Como será evidente, el aporte energético total por tonelada de fibra seca en el sustrato fibroso que comprende celulosa será menor que aproximadamente 10.000 kWh^t⁻¹, por ejemplo, menor que aproximadamente 9000 kWh^t⁻¹, o menor que aproximadamente 8000 kWh^t⁻¹, o menor que aproximadamente 7000 kWh^t⁻¹, o menor que aproximadamente 6000 kWh^t⁻¹, o menor que aproximadamente 5000 kWh^t⁻¹, por ejemplo, menor que aproximadamente 4000 kWh^t⁻¹, menor que aproximadamente 3000 kWh^t⁻¹, menor que aproximadamente 2000 kWh^t⁻¹, menor que aproximadamente 1500 kWh^t⁻¹, menor que aproximadamente 1200 kWh^t⁻¹, menor que aproximadamente 1000 kWh^t⁻¹ o menor que aproximadamente 800 kWh^t⁻¹. El aporte total de energía varía dependiendo de la cantidad de fibra seca en el sustrato fibroso que se microfibrilla, y opcionalmente la velocidad de trituración y la duración de la trituración.

20 El siguiente procedimiento se puede usar para caracterizar las distribuciones de tamaño de partículas de mezclas de minerales (GCC o caolín) y fibras de pasta de celulosa microfibrilada.

-Carbonato de calcio

25 Se pesa una muestra de suspensión cotriturada suficiente para dar 3 g de material seco en un vaso de precipitados, se diluye hasta 60 g con agua desionizada, y se mezcla con 5 cm³ de una disolución de poli(acrilato sódico) de 1,5% en p/v activo. Se añade más agua desionizada con agitación hasta un peso final de suspensión de 80 g.

- Caolín

30 Se pesa una muestra de suspensión cotriturada suficiente para dar 5 g de material seco en un vaso de precipitados, se diluye hasta 60 g con agua desionizada, y se mezcla con 5 cm³ de una disolución de carbonato sódico al 1,0% y hexametafosfato sódico al 0,5% en peso. Se añade más agua desionizada con agitación hasta un peso final de suspensión de 80 g.

Después la suspensión se añade en partes alícuotas de 1 cm³ a agua en la unidad de preparación de muestra unida al Mastersizer S hasta que presenta el nivel óptimo de oscurecimiento (normalmente 10-15%). Después se lleva a cabo el procedimiento de análisis por dispersión de luz. El intervalo del instrumento era 300RF: 0,05-900, y la longitud del haz se ajustó a 2,4 mm.

35 Para las muestras cotrituradas que contienen carbonato de calcio y fibra, se usa el índice de refracción para el carbonato de calcio (1,596). Para las muestras cotrituradas de caolín y fibra se usa el IR del caolín (1,5295).

La distribución del tamaño de partículas se calcula a partir de la teoría de Mie y da el resultado como una distribución basada en el volumen diferencial. La presencia de dos picos distintos se interpreta que proceden del mineral (pico más fino) y fibra (pico más grueso).

40 El pico del mineral más fino se ajusta a los puntos de datos medidos y se resta matemáticamente de la distribución para dar el pico de fibra, lo que se convierte en una distribución acumulada. De forma similar, el pico de fibra se resta matemáticamente de la distribución original para dejar el pico del mineral, lo que se convierte también en una distribución acumulada. Después, ambas curvas acumuladas se pueden usar para calcular el tamaño medio de partículas (d_{50}) y el sesgo de la distribución ($d_{30}/d_{70} \times 100$). La curva diferencial se puede usar para encontrar el tamaño de partículas modal tanto para la fracción mineral como de fibra.

Ejemplos

Salvo que se especifique de otra forma, se midieron las propiedades del papel de acuerdo con los siguientes métodos:

- Resistencia al estallido: Medidor de estallido Messmer Büchnel de acuerdo con SCAN P24.

50 - Resistencia a la tracción: Medidor de tracción Testometrics de acuerdo con SCAN P16.

- Porosidad Bendtsen: Medida usando un medidor de porosidad Bendtsen Modelo 5 de acuerdo con SCAN P21, SCAN P60, BS 4420 y Tappi UM535.

- Densidad en masa: Esto es el recíproco de la densidad aparente medida de acuerdo con SCAN P7.

- Brillo ISO: El brillo ISO de hojas de papel hechas a mano se midió por medio de un medidor de brillo Elrepho Datacolour 3300 equipado con un filtro N°8 (longitud de onda 457 nm), de acuerdo con ISO 2470: 1999E.

- Opacidad: La opacidad de una muestra de papel se mide mediante un espectrofotómetro Elrepho Datacolor 3300 usando una longitud de onda adecuada para medir la opacidad. El método de ensayo estándar es ISO 2471. Primero, se hace una medición del porcentaje de luz incidente reflejada con una pila de al menos diez hojas de papel frente a una cavidad negra (Rinfinito). Después, la pila de hojas se sustituye por una sola hoja de papel, y se hace una segunda medición del porcentaje de reflectancia de la hoja individual sobre la cubierta negra (R). Después, se calcula el porcentaje de opacidad a partir de la fórmula: Porcentaje de opacidad = $100 \times R/R_{\text{infinito}}$.

- Resistencia al desgarro: Método TAPPI T 414 om-04 (resistencia interna al desgarro del papel (método de tipo Elmendorf)).

- Resistencia interna (dirección z) usando un medidor de unión Scott de acuerdo con TAPPI T569.

- Brillo: Se puede usar el método TAPPI T 480 om-05 (brillo especular del papel y cartón a 75 grados).

- Rigidez: El método de medición de la rigidez descrito en J.C. Husband, L.F. Gate, N. Norouzi, y D. Blair, "The Influence of kaolin Shape Factor on the Stiffness of Coated Papers", *TAPPI Journal*, Junio 2009, pág. 12-17 (véase en particular la sección titulada 'Experimental Methods'); y J.C. Husband, J.S. Preston, L.F. Gate, A. Storer, y P. Creaton, "The Influence of Pigment Particle Shape on the In-Plane tensile Strength Properties of Kaolin-based Coating Layers", *TAPPI Journal*, Diciembre 2006, pág. 3-8 (véase en particular la sección titulada 'Experimental Methods').

- Resistencia al plegamiento L&W (fuerza necesaria para doblar una hoja por un ángulo dado en mN): medido de acuerdo con SCAN-P29:84.

- Demanda catiónica (o carga aniónica): medida en Mutek PCD 03; las muestras se valoraron con Polydamac (peso molecular medio de aproximadamente 60000) con conc. 1 mEq/l (adquirido en PTE AB/Selcuk Dølen). La mezcla de pasta se filtró antes de la determinación pero no las muestras de aguas blancas. Antes de ensayar la muestra se lleva a cabo un ensayo de calibración para comprobar el consumo aproximado de polielectrolito. En el ensayo de la muestra, los polielectrolitos se dosifican en lotes (aproximadamente 10 veces) con intervalos de 30 s.

- Los coeficientes de absorción y dispersión de la luz de la hoja se miden usando datos de reflectancia del instrumento Elrepho: R_{inf} = reflectancia de una pila de 10 hojas. R_0 = reflectancia de 1 hoja frente a una copa negra. Estos valores y la sustancia (g.m^{-2}) de la hoja se introducen en las ecuaciones de Kubelka - Munk descritas en "Paper Optics" de Nils Pauler, (publicado por Lorentzen y Wettre, ISBN 91-971-765-6-7), pág. 29-36.

- La retención al primer paso se determina basándose en la medición de sólidos en la caja de entrada (HD) y en la bandeja de las aguas blancas (WW) y se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula: Retención = $[(HB_{\text{sólidos}} - WW_{\text{sólidos}})/HB_{\text{sólidos}}] \times 100$

- La retención de cenizas se determina siguiendo los mismos principios que en la retención al primer paso, pero basado en el peso del componente de cenizas en la caja de entrada (HB) y en la bandeja de aguas blancas (WW), y se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula: Retención de cenizas = $[(HB_{\text{cenizas}} - WW_{\text{cenizas}})/HB_{\text{cenizas}}] \times 100$

- El índice de formación (PTS) se determina usando el software DOMAS desarrollado por PTS de acuerdo con el método de medición descrito en la sección 10-1 de su manual, "DOMAS 2.4 User Guide"

Ejemplo 1

Preparación de carga coprocesada

- Composición 1

Los materiales de partida para el trabajo de trituración consistían en una suspensión de pasta (de pino kraft blanqueada Northern) y una carga de carbonado de calcio triturado (GGC), Intracarb 60™, que comprende aproximadamente 60% en volumen de partículas menores que 2 μm . La pasta se mezcló en un mezclador Cellier con el GCC para dar una adición nominal de 6% en peso de la pasta. Esta suspensión, que tenía 26,5% de sólidos después se alimentó a un molino de medio agitado a 180 kW que contenía medio de trituración cerámico (King, 3 mm) con una concentración de medio en volumen de 50%. La mezcla se trituró hasta gastarse un aporte de energía de entre 2000 y 3000 kWh t^{-1} (expresado en pasta sola) y después la mezcla de pasta/mineral se separó del medio usando un tamiz de 1 mm. El producto tenía un contenido de fibra (por cenizas) de 6,5% en peso, y un tamaño medio de fibra (D50) de 129 μm medido usando un dispositivo Malvern Mastersizer S™. El sesgo psd de la fibra (D30/D70 x 100) era 31,7.

- Composición 2

La preparación de esta carga seguía el procedimiento indicado en la composición 1. La pasta se mezcló en un

mezclador Cellier con el Incarb 60 para dar una adición de 20% de pasta. Esta suspensión, que tenía 10-11% de sólidos, después se alimentó a un molino de medio agitado a 180 kW que contenía medio de trituración cerámico (King, 3 mm) con una concentración de medio en volumen de 50%. La mezcla se trituró hasta gastarse un aporte de energía de entre 2500 y 4000 kWh^t⁻¹ (expresado en pasta sola) y después la mezcla de pasta/mineral se separó del medio usando un tamiz de 1 mm. El producto tenía un contenido de fibra (por cenizas) de 19,7% en peso, y un tamaño medio de fibra (D50) de 79,7 µm medido usando un dispositivo Malvern Mastersizer STM. El sesgo psd de la fibra (D30/D70 x 100) era 29,3. Antes de la adición a la máquina de papel el contenido de fibra se redujo a 11,4% en peso, mezclando en una relación de aproximadamente 50/50 con el GGC (Intracarb 60TM).

Ejemplo 2

Preparación de papel base

Se preparó una mezcla de 80% en peso de pasta de eucalipto (Södra Tofte) refinada a 27° SR con 4,5% de sólidos y 20% en peso de pasta kraft de madera blanda (Södra Mönsterås) refinada a 26° SR con 3,5% de sólidos, en un equipo de escala piloto. Esta mezcla de pastas se usó para hacer una bobina de papel usando una máquina de papel continuo de escala piloto que funcionaba a 800 m.min⁻¹. La pasta papelera se alimentó al laminador de doble alambre por una rendija de 13 mm de una caja de entrada UMV10. El gramaje objetivo del papel era 75 g.m⁻² y las cargas y nivel de carga se exponen en la tabla 1.

Tabla 1. Propiedades del papel base sin revestir antes de calandrado

	Carga			
	IC60 control		Comp. 1	Comp. 2
Carga, % en peso	19,9	27,8	27,9	28,5
Gramaje, g.m ⁻²	74,5	74,1	77,8	71,9
Resistencia a la tracción N.m.g ⁻¹	34,0	26,5	26,9	29,4
Porosidad Bendtsen, cm ³ .min ⁻¹	735	749	367	296

Se usó un sistema auxiliar de retención de 2 componentes que consistía en una poliacrilamida catiónica, Percal 47NSTM, (BASF) con una dosis de 300 - 380 g.t⁻¹ y una bentonita en micropartículas, Hydrocol SHTM con 2 kg.t⁻¹. La sección de prensado consiste en una prensa de doble rodillo forrados con fieltro, funcionando con una carga lineal de 10 kN.m⁻¹, seguido de dos prensas Metso SymBelt con la longitud de zapata de 250 mm funcionando a 600 y 800 kN.m⁻¹, respectivamente. Los rodillos en las dos prensas de zapatas están invertidos uno con respecto a otro.

El papel se secó usando cilindros calentados.

Aplicación de un revestimiento de barrera

Se aplicó un revestimiento a cada uno de los papeles base. La formulación consistía en 100 partes de un caolín de factor de forma alto (Barrisurf HXTM) y 100 partes de un látex de copolímero de estireno-butadieno (DL930TM, Styron). El contenido de sólidos era 50,1% en peso y la viscosidad Brookfield a 100 rpm era 80 mPa.s. Los revestimientos se aplicaron de forma manual usando una varilla de alambre bobinado para dar un peso de revestimiento de 13 - 14 g.m⁻². El secado se llevó a cabo usando un secador de aire caliente.

Ejemplo 3

Después se ensayó en los papeles revestidos del ejemplo 2 la velocidad de transmisión de vapor húmedo (MVTR) a lo largo de 2 días. El método se basaba en TAPPI T448 pero usaba gel de sílice como desecante y una humedad relativa de 50%. La cantidad de humedad transferida a través del papel se midió a lo largo del primero y segundo días y después se promedió. Los resultados se resumen en la tabla 2.

También se ensayó en los papeles la resistencia al aceite usando una disolución basada en aceite de rojo Sudán IV en ftalato de dibutilo usando una unidad de impresión IGT. Se aplicó un volumen controlado del fluido (5,8 µl) al papel usando una jeringa y se pasó por el rodillo de impresión a una presión de 5 kgf y una velocidad de 0,5 m.s⁻¹. El área cubierta por el tinte fluido se midió usando análisis de imágenes y se usó como una indicación de la capacidad del revestimiento para resistir la penetración de fluidos basados en aceite. Los resultados se resumen en la tabla 2.

Tabla 2. Propiedades del papel base revestido

	Carga			
	control IC60		Comp. 1	Comp. 2
Carga, % en peso	19,9	27,8	27,9	28,5
MVTR, g.m ⁻² /día	44,1	40,4	40,4	36,3
Área teñida, píxeles	62592	70855	73749	75672

Estos resultados muestran que el papel que contenía carga cotriturada con el nivel de fibra más alto (composición 2) tiene una menor velocidad de transmisión de vapor húmedo que el control. Los papeles revestidos tanto con la composición 1 como 2 tienen zonas de tinción mayores indicando mejor resistencia del fluido.

5 Ejemplo 4

Preparación de carga coprocesada

- Composición 3

Los materiales de partida para el trabajo de trituración consistían en una suspensión de pasta (de pino Botnia) y una carga de carbonado de calcio triturado, Intracarb 60™. La pasta se mezcló en un mezclador Cellier con el Intracarb para dar una adición nominal de 20% en peso de la pasta. Esta suspensión, que tenía 10-11% de sólidos después se alimentó a un molino de medio agitado a 180 kW que contenía medio de trituración cerámico (King, 3 mm) con una concentración de medio en volumen de 50%. La mezcla se trituró hasta consumirse un aporte de energía de entre 2500 y 4000 kWh t⁻¹ y después la mezcla de pasta/mineral se separó del medio usando un tamiz de 1 mm. El producto tenía un contenido de fibra (por cenizas) de 19,7% en peso, y un tamaño medio de fibra (D50) de 79,7 µm medido usando un dispositivo Malvern Mastersizer S™. El sesgo psd de la fibra (D30/D70 x 100) era 29,3. Antes de la adición a la máquina de papel (véase el ejemplo 5 a continuación) el contenido de fibra se redujo mezclando 9 partes en peso de la composición que contenía 19,7% en peso de fibra con 23 partes de Intracarb 60 de nueva aportación para dar un contenido de fibra, medido por las cenizas, de 5,8% en peso.

- Composición 4

Se preparó una segunda composición de carga mezclando 50 partes en peso de la composición 3, que contenía 19,7% en peso de fibra, con 50 partes de Intracarb 60 de nueva aportación para dar un contenido de fibra, medido por las cenizas, de 11,4% en peso.

Ejemplo 5

Preparación de papel

Se preparó una mezcla de 80% en peso de pasta de eucalipto (Södra Tofte) refinada a 27° SR con 4,5% de sólidos y 20% en peso de pasta kraft de madera blanda (Södra Mönsterås) refinada a 26° SR con 3,5% de sólidos, en un equipo de escala piloto. Esta mezcla de pastas se usó para hacer una bobina de papel continuo usando una máquina de papel de escala piloto que funcionaba a 800 m.min⁻¹. La pasta papelera se alimentó al laminador de doble alambre por una rendija de 13 mm de una caja de entrada UMV10. El gramaje objetivo del papel era 75 g.m⁻² y las cargas y nivel de carga se exponen en la tabla 1. Se usó un sistema auxiliar de retención de 2 componentes que consistía en una poliacrilamida catiónica, Percal 47NS™, (BASF) con una dosis de 300 - 380 g.t⁻¹ y una bentonita en micropartículas, Hydrocol SH™ con 2 kg.t⁻¹. La sección de prensado consiste en una prensa de doble rodillo forrados con fieltro, funcionando con una carga lineal de 10 kN.m⁻¹, seguido de dos prensas Metso SymBelt con la longitud de zapata de 250 mm funcionando a 600 y 800 kN.m⁻¹, respectivamente. Los rodillos en las dos prensas de zapatas están invertidos uno con respecto a otro.

El papel se secó usando cilindros calentados.

La tabla 3 a continuación indica las mediciones finales en húmedo hechas durante la etapa de fabricación del papel. Las propiedades del papel se resumen en la tabla 4.

Estos datos muestran que las cargas cotrituradas no contribuyen significativamente a los restos aniónicos en la recirculación de las aguas blancas, y no tiene un efecto perjudicial en la retención total, mientras que mejorar la retención de cenizas. Finalmente, la formación de papel mejora por la adición de carga cotriturada.

Tabla 3. Parámetros de la máquina de papel

	control IC60		Comp. 3	Comp. 4
Carga, % en peso	19,9	27,8	27,4	28,5
Dosis de auxiliar de retención, g.t ⁻¹	300	380	380	380
Demanda catiónica de aguas blancas, µeq.g ⁻¹	0,0225	0,0195	0,0195	0,0210
Retención al 1 ^{er} paso total, % en peso	72,4	73,9	74,1	70,8
Retención de cenizas, % en peso	43,7	35,1	51,1	44,7
Índice de formación, PTS	842	800	636	668

Tabla 4. Propiedades del papel

	control IC60		Comp. 3	Comp. 4
Carga, % en peso	19,9	27,8	27,4	28,5
Gramaje, g.m ⁻²	74,5	74,1	77,3	71,9
Índice de resistencia al estallido, N.m.g ⁻¹	19,3	15,5	18,1	19,8
Índice de resistencia a la tracción, N.m.g ⁻¹	34,0	26,5	27,4	29,4
Índice de resistencia al desgarro, N.m.g ⁻¹	4,12	3,41	3,83	4,12
Resistencia de unión Scott, J.m ⁻²	136,6	122,2	134,2	131,8
Coeficiente de dispersión de luz de la hoja, m ² kg ⁻¹ , filtros 8 y 10	61,5 (F8)	68,0 (F8)	69,9 (F8)	71,3 (F8)
	58,0 (F10)	63,8 (F10)	65,4 (F10)	66,2 (F10)
Coeficiente de absorción de luz de la hoja, m ² kg ⁻¹ , filtros 8 y 10	0,381 (F8)	0,385 (F8)	0,407 (F8)	0,419 (F8)
	0,136 (F10)	0,143 (F10)	0,160 (F10)	0,170 (F10)

- 5 Los resultados muestran que los papeles que contienen carga cotriturada (composiciones 3 y 4) tienen una combinación inusual de propiedades de resistencia. Normalmente en el refinado de la pasta, si aumenta la resistencia a la tracción, disminuye al desgarro. En estos ejemplos, tanto la resistencia a la tracción como al desgarro aumentan al mismo tiempo. También mejora la resistencia interna de unión de Scott.

Normalmente, si la resistencia a la tracción aumenta, disminuye la dispersión de luz de la hoja. En este caso aumentan ambos.

10 Ejemplo 6

Preparación de carga cotriturada

- 15 Los materiales de partida para el trabajo de trituración consistían en una suspensión de pasta (de pino Botnia) y una carga de carbonado de calcio triturado, Intracarb 60TM. La pasta se mezcló en un mezclador Cellier con el GCC para dar una adición de 20% en peso de la pasta. Esta suspensión, que tenía 8,8% de sólidos después se alimentó a un molino de medio agitado a 180 kW que contenía medio de trituración cerámico (King, 3 mm) con una concentración de medio en volumen de 50%. La mezcla se trituró hasta consumirse un aporte de energía de entre 2500 kWh⁻¹ y después la mezcla de pasta/mineral se separó del medio usando un tamiz de 1 mm. El producto tenía un contenido de fibra (por cenizas) de 19,0% en peso, y un tamaño medio de fibra (d₅₀) de 79 µm medido usando un dispositivo Malvern Mastersizer STM. El sesgo psd de la fibra (d₃₀/d₇₀ x 100) era 30,7.

20 Ejemplo 7

Preparación de papel base

Se preparó una mezcla de 56% en peso de pasta de eucalipto Fibria refinada a 33 SR (100 kWh/t), 14% de pasta kraft de madera blanda Botnia RMA 90 batida a 31 SR, y 30% en peso de desechos sin pasta mecánica revestidos que contenía 50% en peso de GCC (Royal Web Silk), con 3% de sólidos en agua usando un hidrodisegregador de

pasta de madera a escala piloto

La mezcla de pastas se usó para hacer una bobina de papel continuo usando una máquina Fourdrinier a escala piloto funcionando a 12 m.min^{-1} . El gramaje objetivo del papel era $73\text{-}82 \text{ g.m}^{-2}$ y las cargas y los niveles de carga se exponen en la tabla 1. Se añadió un auxiliar de retención polimérico catiónico (Percal E622, BASF) con una dosis de 200 g.t^{-1} (10% de carga) o 300 g.t^{-1} (15 - 20% de carga). El papel se secó usando cilindros calentados

El papel base se calandró por 1 rodillo en la máquina usando una calandria de rodillo de acero a 20 kN de presión. Las propiedades del papel después de calandrado se resumen en la tabla 5.

Estos resultados muestran que el papel que contiene carga cotriturada tiene mayor resistencia al estallido y a la tracción que el control. La resistencia al plegamiento también aumenta. Sin embargo, la porosidad se reduce mucho. Las hojas que contienen la mayor cantidad de carga cotriturada tienen mejor lisura de la superficie respecto a las que contienen yeso de control.

Tabla 5. Propiedades del papel base sin pasta mecánica no revestido después de calandrado

	Control 5% carga de desechos 10% de IC60*	Base 1 5% carga de desechos 10% de ej. 6	Base 2 5% carga de desechos 15% de ej. 6	Base 3 5% carga de desechos 20% de ej. 6
Carga, % en peso	15,1	15,8	19,7	23,4
Gramaje, g.m^{-2}	72,8	74,4	77,6	82,2
Resistencia a la tracción, media geométrica, N.m.g^{-1}	33,3	35,0	31,4	33,8
Resistencia al estallido, N.m.g^{-1}	19,9	22,2	21,2	21,4
Fuerza de plegamiento, media geométrica, L&W, mN	3,22	3,41	4,15	4,2
Porosidad Bendtsen, $\text{cm}^3.\text{min}^{-1}$	1202	842	592	577
Lisura Bendtsen, cara inferior, $\text{cm}^3.\text{min}^{-1}$	350	340	342	286
Brillo ISO	76,7	76,6	77,5	78,0
Opacidad, %	80,6	80,6	84,4	85,9

*Intracarb 60™

Ejemplo 8

Se preparó una mezcla de revestimiento de acuerdo con la siguiente formulación:

- 85 partes de carbonato de calcio triturado ultrafino (Carbital 95™) que comprende aproximadamente 95% en volumen de partículas menores de $2 \mu\text{m}$

- 15 partes de caolín de alto brillo (Hydragloss 90™ KaMin)

- 11 partes por cien de látex de estireno-butadieno-acrilonitrilo (DL920™, Styron)

- 0,3 partes por cien de CMC (Finnfix, CP Kelco)

- 1 parte por cien de estearato de calcio (Nopcote C104).

El pH se ajustó a 8,0 con NaOH y el contenido de sólidos a 65,5% en peso. La viscosidad medida usando un viscosímetro Brookfield a 100 rpm era 270 mPa.s. Esto se aplicó a muestras del papel base en la tabla 5 usando una revestidora de laboratorio (Heli-Coater™) a una velocidad de 600 m.min^{-1} . Se aplicaron pesos de revestimiento de entre $7,0$ y $12,0 \text{ g.m}^{-2}$ y se ajustó por control del desplazamiento de la pala.

Después de acondicionamiento a 23°C y 50% de HR, todas las muestras de papel revestidas producidas después se supercalandraron durante 10 rodillos usando una calandria de laboratorio Perkins. La presión era 50 bar a una temperatura de los rodillos de 65°C y una velocidad de 40 m.min^{-1} .

Se ensayó en las tiras revestidas y calandradas, la lisura (Parker Print Surf, ISO 8971-4), brillo a 75° TAPPI (T480), y cubrimiento usando un procedimiento de quemado seguido de análisis de la imagen del nivel de gris. El procedimiento implica tratar el papel con una disolución alcohólica de cloruro amónico, seguido de calentamiento a 200°C durante 10 minutos para carbonizar las fibras del papel base. El nivel de gris del papel es una medida de la capacidad de la capa de revestimiento para cubrir las fibras ennegrecidas. Valores de nivel de gris cercanos a 0 indican poco cubrimiento (negro) mientras que valores más altos indican mayor blancura y por lo tanto mejor cubrimiento.

Los resultados para un peso de revestimiento de 12 g.m⁻² se resumen en la tabla 6.

También se ensayó en las muestras de papel revestido las propiedades de impresión. Se imprimieron papeles usando una unidad de impresión IGT a una velocidad de 0,5 m.s⁻¹ y una presión de 500 N. Se usó una tinta offset magenta con alimentación de hojas, aplicando un volumen de 0,1 cm³. Se midió el brillo de la capa de tinta impresa usando un medidor de brillo a 75 ° Hunterlab de acuerdo con la referencia TAPPI T480. La densidad de la tinta se midió usando un densitómetro Gretag Spectroeye™. La velocidad de repelado del revestimiento se midió con la Unidad de impresión IGT en modo de aceleración usando un aceite de viscosidad baja de referencia. La velocidad de impresión se aceleró de 0-6 m.s⁻¹ y se midió la distancia sobre la tira revestida cuando se produjo el primer daño y se expresó como una velocidad de impresión. Valores más altos significa que el revestimiento es más fuerte.

Tabla 6. Propiedades del papel revestido

Base	Carga, % en peso	Brillo a 75° TAPPI	Lisura PPS μm , 1000 Pa	Quemado, nivel de gris medio	Brillo de impresión, 75°	Densidad de impresión	Velocidad de repelado en seco cm.s ⁻¹
Control	15,1	64	1,29	111,6	70	1,50	183
Base 1	15,8	63	1,21	114,6	70	1,51	194
Base 2	19,7	71	1,17	140,9	77	1,53	191
Base 3	23,4	68	1,30	129,9	75	1,46	198

Los resultados muestran que sustituir una carga GCC estándar por una carga cotriturada que contiene celulosa microfibrilada produce mejoras en la calidad de la hoja revestida cuando el papel se reviste posteriormente. La superficie del papel revestido tiene mayor brillo, mejor lisura y la capa de revestimiento tiene mejor cubrimiento de acuerdo con el ensayo de quemado (valores de nivel de gris mayores). Las propiedades de impresión también mejoran con la capa de tinta que tiene mayor brillo. También se encontró que la resistencia al repelado en seco aumentaba cuando se usaba en la base carga que contenía celulosa microfibrilada.

Ejemplo 9

Preparación de la carga cotriturada

Los materiales de partida para el trabajo de trituración consistían en una suspensión de pasta (de pino Botnia) y una carga de carbonato de calcio triturado, Polcarb 60™, que comprendía aproximadamente 60% en volumen de partículas menores de 2 μm . La pasta se mezcló en un mezclador Cellier con el Polcarb para dar una adición de 20% en peso de la pasta. Esta suspensión, que tenía 8,7% de sólidos después se alimentó a un molino de medio agitado a 180 kW que contenía medio de trituración cerámico (King, 3 mm) con una concentración de medio en volumen de 50%. La mezcla se trituró hasta consumirse un aporte de energía de entre 2500 kWh.t⁻¹ y después la mezcla de pasta/mineral se separó del medio usando un tamiz de 1 mm. El producto tenía un contenido de fibra (por calcinación) de 20,7% en peso, y un tamaño medio de fibra (d₅₀) de 79 μm medido usando un dispositivo Malvern Mastersizer S™. El sesgo psd de la fibra (d₃₀/d₇₀ x 100) era 29,5.

Ejemplo 10

Preparación de papel base

Se preparó una mezcla de 40% en peso de pasta de madera triturada presurizada, 40% de pasta kraft de madera blanda Botnia RMA 90 batida a 31 SR, y 20% en peso de desechos LWC revestidos la fabricación de que contenía GCC/caolín 50/50, con 3% de sólidos en agua usando un hidrodisegregador de pasta de madera a escala piloto

La mezcla de pasta se usó para hacer una bobina de papel continuo usando una máquina Fourdrinier a escala piloto funcionando a 16 m.min⁻¹. El gramaje objetivo del papel era 38-43 g.m⁻² y las cargas y los niveles de carga se exponen en la tabla 7. Se añadió un auxiliar de retención polimérico catiónico (Percol 230L, BASF) con una dosis de 200 g.t⁻¹ (10% de carga) o 300 g.t⁻¹ (15 - 20% de carga). El papel se secó usando cilindros calentados

El papel base se calandró por 1 rodillo en la máquina usando una calandria de rodillo de acero a 20 kN de presión. Las propiedades del papel después de calandrado se resumen en la tabla 7.

- Estos resultados muestran que el papel que contiene carga cotriturada tiene mayor resistencia al estallido y a la tracción que el control. La resistencia al plegamiento también aumenta. Sin embargo, la porosidad se reduce mucho. Las hojas que contienen la mayor cantidad de carga cotriturada tienen mejor lisura de la superficie respecto a las que contienen yeso de control.

Tabla 7. Propiedades del papel base no revestido después de calandrado

	Control 5% carga de desechos 6% de Polcarb 60	Base 1 5% carga de desechos 5% de ej. 9	Base 2 5% carga de desechos 10% de ej. 9	Base 3 5% carga de desechos 14% de ej. 9
Carga, % en peso	11,2	10,1	15,4	18,8
Gramaje, g.m ⁻²	38,2	38,2	42,0	43,0
Resistencia a la tracción, media geométrica, N.m.g ⁻¹	26,8	32,4	30,4	28,4
Resistencia al estallido, N.m.g ⁻¹	14,8	17,4	16,0	15,4
Fuerza de plegamiento, media geométrica, L&W, mN	3,22	3,41	4,15	4,2
Porosidad Bendtsen, cm ³ .min ⁻¹	1202	842	592	577
Lisura Bendtsen, cara inferior, cm ³ .min ⁻¹	350	340	342	286
Brillo ISO	76,7	76,6	77,5	78,0
Opacidad, %	80,6	80,6	84,4	85,9

Ejemplo 11

- Se preparó una mezcla de revestimiento de acuerdo con la siguiente formulación:
- 60 partes de carbonato de calcio triturado fino (Carbital 90TM) que comprende aproximadamente 90% en volumen de partículas menores de 2 µm
 - 40 partes de caolín brasileño fino (Capim DGTM)
 - 8 partes por cien de látex de estireno-butadieno-acrilonitrilo (DL920TM, Styron)
 - 4 partes por cien de almidón (Cargill C* película)
 - 1 parte por cien de estearato de calcio (Nopcote C104).

El pH se ajustó a 8,0 con NaOH y el contenido de sólidos a 67,5% en peso. La viscosidad medida usando un viscosímetro Brookfield a 100 rpm era 270 mPa.s. Esto se aplicó a muestras del papel base en la tabla 7 usando un revestimiento de laboratorio (Heli-CoaterTM) a una velocidad de 600 m.min⁻¹. Se aplicaron pesos de revestimiento de entre 7,0 y 12,0 g.m⁻² y se ajustó por control del desplazamiento de la pala.

Después de acondicionamiento a 23°C y 50% de HR, todas las muestras de papel revestido producidas en los ejemplos 3 y 4 después se supercalandraron durante 10 rodillos usando una calandria de laboratorio Perkins. La presión era 50 bar a una temperatura de los rodillos de 65°C y una velocidad de 40 m.min⁻¹.

Se ensayó en las tiras revestidas y calandradas, la lisura (Parker Print Surf, ISO 8971-4), brillo a 75° TAPPI (T480), y cubrimiento de acuerdo con el ejemplo 8 anterior.

También se ensayaron en las muestras de papel revestido las propiedades de impresión de acuerdo con el ejemplo 8 anterior.

Los resultados interpolados a un peso de revestimiento de 10 g.m⁻² se resumen en la tabla 8.

Tabla 8. Propiedades del papel revestido

Base	Carga, % en peso	Brillo a 75° TAPPI	Lisura PPS μm, 1000 Pa	Quemado, nivel de gris medio	Brillo de impresión, 75°
Control	11,2	48	1,36	142,3	62
Base 1	10,1	50	1,35	135,9	62
Base 2	15,4	54	1,17	161,0	66
Base 3	18,8	52	1,20	148,5	65

Los resultados muestran que sustituir una carga de yeso estándar por una carga cotriturada que contiene celulosa microfibrilada produce mejoras en la calidad de la hoja revestida cuando el papel se reviste posteriormente. La superficie del papel revestido tiene mayor brillo, mejor lisura y la capa de revestimiento tiene mejor cubrimiento de acuerdo con el ensayo de quemado (valores de nivel de gris mayores). Las propiedades de impresión también mejoran con la capa de tinta que tiene mayor brillo.

Ejemplo 11

400 g de pasta kraft de madera blanda blanqueada no refinada (pino Botnia RM90) se sumergieron en 20 litros de agua durante 6 horas, después se aplastó en un mezclador mecánico. La pasta papelera así obtenida después se vertió en una batidora Valley de laboratorio y se refinó bajo carga durante 28 min para obtener una muestra de pasta refinada batida de 525 cm³ de grado de refinado canadiense (CSF).

Después se eliminó el agua de la pasta usando un medidor de consistencia (Testing Machines Inc.) para obtener un bloque de pasta húmeda con 23,0-24,0% en peso de sólidos. Este después se usó en experimentos de cotrituración como se detalla a continuación:

Se pesaron 143 g de una suspensión de Carbital 60HS™ (77,7% en peso de sólidos; aproximadamente 60% en volumen de partículas menores de 2 μm) en un recipiente de trituración. Después se añadieron 51,0 g de pasta húmeda y se mezclaron con el carbonato. Después se añadieron 1485 g de medio de trituración King de 3 mm seguido de 423 g de agua para dar una concentración de medio en volumen de 50%. La mezcla se trituró junta a 1000 rpm hasta consumirse un aporte de energía de 5.000 - 12.500 kWh/ton (expresado en fibra). El producto se separó del medio usando un tamiz de 600 μm BSS. El contenido de sólidos de la suspensión resultante era entre 22,0 - 25,0% en peso y una viscosidad Brookfield (100 rpm) de 1400 - 2930 mPa.s. El contenido de fibra del producto se analizó por calcinación a 450°C y el tamaño de las fracciones de mineral y pasta se midieron usando un Malvern Mastersizer.

Se prepararon muestras adicionales basadas en el mismo GCC y pasta usando condiciones similares pero con niveles de adición de pasta mayores. Las propiedades de las muestras se indican en la tabla 9.

Tabla 9. Condiciones y propiedades de cotrituración de suspensiones de MFC-GCC

Muestra	% en peso MFC en el mineral	Energía kWh/t MFC	MFC D50, μm, (Malvern)	% en peso de sólidos	Viscosidad Brookfield, 100 rpm, mPa.s
1	11,1	7500	41,6	22,0	2930
2	10,9	10.000	16,5	23,9	1685
3	10,9	12.500	12,5	25,0	1405
4	17,2	5.000	43	14,9	1815
5	15,7	10.000	16,4	17,4	1030
6	15,3	12.500	12,3	18,4	960
7	24,1	12.500	11,7	13,5	1055

Ejemplo 12

- Se pesaron 131 g de una suspensión de Barrisurf HX™ (53,0% en peso de sólidos; factor de forma = 100) en un recipiente de trituración. Después se añadieron 33,0 g de pasta húmeda al 22,5% en peso de sólidos y se mezclaron con el caolín. Después se añadieron 1485 g de medio de trituración King de 3 mm seguido de 429 g de agua para dar una concentración de medio en volumen de 50%. La mezcla se trituró junta a 1000 rpm hasta consumirse un aporte de energía entre 5.000 y 12.500 kWh/ton (expresado en fibra). Los productos se separaron del medio usando un tamiz de 600 μ m BSS. El contenido de sólidos de las suspensiones resultantes era entre 13,5 - 15,9% en peso y valores de viscosidad Brookfield (100 rpm) de 1940 y 2600 mPa.s. El contenido de fibra del producto se analizó por calcinación a 450°C y el tamaño de las fracciones de mineral y pasta se midieron usando un Malvern Mastersizer.
- Se prepararon muestras adicionales basadas en el mismo caolín y pasta usando condiciones similares pero con niveles de adición de pasta mayores. Las propiedades de las muestras se indican en la tabla 10.

Tabla 10. Condiciones y propiedades de suspensiones de MFC-caolín cotrituradas

Muestra	% en peso MFC en el mineral	Energía kWh/t MFC	MFC D50, μ m, (Malvern)	% en peso de sólidos	Viscosidad Brookfield, 100 rpm, mPa.s
8	12,6	5000	52,2	13,5	2632
9	13,0	7500	34,3	14,3	2184
10	12,5	10.000	23	14,6	1940
11	13,4	12.500	18,2	15,9	2280
12	18,6	5000	42,5	14,1	4190
13	16,6	7500	24,8	16,2	4190
14	15,9	10.000	17	16,0	3156
15	16,4	12.500	13,6	16,1	2332
16	22,5	5000	41,9	14,3	6020
17	21,2	7500	28,2	14,4	5220
18	21,4	10.000	16,5	14,8	3740
19	20,0	12.500	11,9	18,1	4550
20	27,7	7500	31,4	13,6	4750
21	28,4	10.000	21,4	15,6	5050
22	32,3	12.500	13,6	17,4	6490

Ejemplo 13

- Porciones de las suspensiones anteriores se aplicaron sobre una película de poli(tereftalato de etileno) (Terinex Ltd.) usando una varilla de alambre bobinado de película de 150 μ m de espesor (Sheen Instruments Ud, Kingston, Reino Unido). Los revestimientos se secaron por aplicación de una pistola de aire caliente. Los revestimientos secos se retiraron de la película de PET y se cortaron en formas de barra de pesas de 4 mm de ancho usando un cúter diseñado para el ensayo de caucho. Se midieron las propiedades de tracción de los revestimientos usando un medidor de tracción (Testometric 350., Rochdale, Reino Unido). El procedimiento se describe en el artículo de J.C. Husband, J.S. Preston, L.F. Gate, A. Storer y P. Creaton, "The Influence of Pigment Particle Shape on the In-Plane tensile Strength Properties of Kaolin-based Coating Layers": *TAPPI Journal*, Diciembre 2006, pág. 3-8 (véase en particular la sección titulada "Experimental Methods"). La resistencia a la tracción de las películas revestidas se calculó a partir de la carga de rotura y el módulo elástico a partir de la pendiente inicial de la curva de tensión frente a alargamiento. El procedimiento se describe en el artículo de J.C. Husband, L.F. Gate, N. Norouzi, y D. Blair, "The Influence of kaolin Shape Factor on the Stiffness of Coated Papers": *TAPPI Journal*, Junio 2009, pág. 12-17 (véase en particular la sección titulada "Experimental Methods").

Los resultados de las propiedades mecánicas se resumen en las tablas 11 y 12.

Tabla 11. Propiedades mecánicas de los revestimientos de MFC - CCG cotriturados

Muestra	% en peso MFC en el mineral	Energía kWh/t MFC	Resistencia a la tracción, MPa	Módulo elástico, GPa
1	11,1	7500	0,78	0,44
2	10,9	10.000	0,90	0,68
3	10,9	12.500	0,74	0,65
4	17,2	5.000	0,68	0,35
5	15,7	10.000	1,33	0,75
6	15,3	12.500	1,36	0,83
7	24,1	12.500		

Estos resultados muestran que una combinación de MFC y caolín con una relación de dimensiones alta puede producir valores de resistencia y módulo elástico. El módulo elástico se traduciría directamente en rigidez del papel revestido mejorada, por ejemplo.

5

Tabla 12. Condiciones y propiedades del revestimiento de MFC-Barrisurf HX cotriturados

Muestra	% en peso MFC en el mineral	Energía kWh/t MFC	Resistencia a la tracción, MPa	Módulo elástico, GPa
8	12,6	5000	1,93	1,29
9	13,0	7500	2,96	1,68
10	12,5	10.000	2,55	1,66
11	13,4	12.500	2,41	1,69
12	18,6	5000	2,25	1,45
13	16,6	7500	3,27	2,14
14	15,9	10.000	4,31	2,64
15	16,4	12.500	2,98	2,16
16	22,5	5000	2,91	2,11
17	21,2	7500	5,71	2,94
18	21,4	10.000	5,95	2,91
19	20,0	12.500	3,26	2,53
20	27,7	7500	6,62	2,86
21	28,4	10.000	5,53	2,54
22	32,3	12.500	5,33	2,67

REIVINDICACIONES

1. Un artículo que comprende:
 - i) un producto de papel que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y
 - 5 ii) uno o más revestimientos funcionales sobre el producto de papel;en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50.
2. El artículo de la reivindicación 1, en donde el revestimiento funcional es un polímero, un metal, una composición acuosa o una combinación de los mismos.
3. El artículo de la reivindicación 1 o reivindicación 2, en donde el revestimiento funcional es una composición acuosa que comprende un caolín laminado o hiperlaminado.
4. El artículo de una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende un material de envasado.
5. El artículo de una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el revestimiento funcional es una capa de barrera de líquidos, por ejemplo, una capa de barrera de líquidos basada en agua.
6. El artículo de una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en donde el revestimiento funcional es una capa de electrónica impresa.
7. El artículo de una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el producto de papel comprende de aproximadamente 0,5% en peso a aproximadamente 50% en peso de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, por ejemplo, de aproximadamente 25% en peso a aproximadamente 35% en peso de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas.
8. Un producto de papel que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, en donde el producto de papel tiene:
 - i) una primera resistencia a la tracción mayor que una segunda resistencia a la tracción del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o
 - 25 ii) una primera resistencia al desgarro mayor que una segunda resistencia al desgarro del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o
 - iii) una primera resistencia al estallido mayor que una segunda resistencia al estallido del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o
 - 30 iv) un primer coeficiente de dispersión de la luz de la hoja mayor que un segundo coeficiente de dispersión de la luz de la hoja del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o
 - v) una primera porosidad menor que una segunda porosidad del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o
 - 35 vi) una primera resistencia en la dirección z (enlace interno) que una segunda resistencia en la dirección z (enlace interno) del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o
 - vii) un primer índice de formación menor que un segundo índice de formación del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; yen donde el producto de papel comprende además una composición de revestimiento de papel que comprende un revestimiento funcional para el envasado de líquidos, revestimientos de barrera, aplicaciones de electrónica impresa, o una composición de revestimiento que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, opcionalmente en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50.
9. El producto de papel de la reivindicación 8, que además comprende un segundo revestimiento que comprende un polímero, un metal, una composición acuosa o una combinación de los mismos, que además tiene opcionalmente una primera velocidad de transmisión de vapor húmedo (MVTR) menor que una segunda MVTR del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas.
10. El producto de papel de cualquiera de las reivindicaciones 8-9, en donde el papel comprende de aproximadamente 0,5% en peso a aproximadamente 50% en peso de la composición de celulosa microfibrilada

coprocesada y material inorgánico en partículas, por ejemplo, de aproximadamente 25% en peso a aproximadamente 35% en peso de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas.

5 11. Un producto de papel según la reivindicación 8, que tiene un primer brillo mayor que un segundo brillo del producto de papel desprovisto de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas.

12. Un producto de papel revestido, en donde el revestimiento comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, y en donde el producto de papel revestido tiene:

10 i. un primer brillo mayor que un segundo brillo del producto de papel revestido que comprende una composición de revestimiento desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o

ii. una primera rigidez mayor que una segunda rigidez del producto de papel revestido que comprende una composición de revestimiento desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o

15 iii. una primera propiedad de barrera que es mejor comparada con una segunda propiedad de barrera del producto de papel revestido que comprende una composición de revestimiento desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas;

en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50,

opcionalmente en donde la partícula inorgánica es caolín, por ejemplo, caolín hiperlaminado.

20 13. Una composición polimérica que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50, opcionalmente en donde la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas está sustancialmente dispersa homogéneamente en la composición polimérica.

25 14. Una composición para la fabricación de papel que comprende una composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas, en donde (A) la composición para la fabricación de papel tiene:

(i) una primera demanda catiónica menor que una segunda demanda catiónica de la composición para la fabricación de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o

30 (ii) una primera retención al primera paso mayor que una segunda retención al primera paso de la composición para la fabricación de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y/o

(iii) una primera retención de cenizas mayor que una segunda retención de cenizas de la composición para la fabricación de papel desprovista de la composición de celulosa microfibrilada coprocesada y material inorgánico en partículas; y

35 en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50,

o en donde (B) la composición para la fabricación de papel está sustancialmente desprovista de auxiliares de retención y en donde la celulosa microfibrilada tiene un sesgo de la fibra de 20 a 50.

15. El artículo, producto de papel, composición polimérica o composición para la fabricación de papel de una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde:

40 (i) el material inorgánico en partículas comprende un carbonato o sulfato de metal alcalinotérreo, tal como carbonato de calcio, carbonato de magnesio, dolomita, yeso, una arcilla kandita hidratada tal como caolín, haloisita o arcilla de bola, una arcilla kandita anhidra (calcinada) tal como metacaolín o caolín completamente calcinado, talco, mica, huntita, hidromagnesita, vidrio triturado, perlita o tierra de diatomeas, o combinaciones de los mismos; y/o

45 (ii) la celulosa microfibrilada tiene un d_{50} en el intervalo de aproximadamente 25 μm a aproximadamente 250 μm , más preferiblemente de aproximadamente 30 μm a aproximadamente 150 μm , incluso más preferiblemente de aproximadamente 50 μm a aproximadamente 140 μm , todavía más preferiblemente de aproximadamente 70 μm a aproximadamente 130 μm , y lo más preferiblemente de aproximadamente 50 μm a aproximadamente 120 μm ; y/o

(iii) la celulosa microfibrilada tiene una distribución del tamaño de partículas monomodal o una distribución del tamaño de partículas multimodal.