

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 644 403**

51 Int. Cl.:

D21B 1/02	(2006.01)
D21C 1/10	(2006.01)
D21C 9/00	(2006.01)
D21G 1/00	(2006.01)
D21H 11/20	(2006.01)
D21H 21/28	(2006.01)
D21H 25/04	(2006.01)
D21B 1/06	(2006.01)
D21F 5/00	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.04.2009 PCT/US2009/041925**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **05.11.2009 WO09134764**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.04.2009 E 09739566 (9)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.07.2017 EP 2304100**

54 Título: **Procedimiento para fabricar productos de papel**

30 Prioridad:

30.04.2008 US 49391 P
03.04.2009 US 417707

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
28.11.2017

73 Titular/es:

XYLECO, INC. (100.0%)
271 Salem Street, Unit L
Woburn, MA 01801, US

72 Inventor/es:

MEDOFF, MARSHALL

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 644 403 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para fabricar productos de papel

5 CAMPO TÉCNICO

Esta invención se refiere a procedimientos para preparar productos de papel.

ANTECEDENTES

10

El papel, como el término que se usa en el presente documento, se refiere a la amplia variedad de materiales de hoja a base de celulosa que se usan para escritura, impresión, empaquetado, y otras aplicaciones. El papel puede usarse, por ejemplo, pero sin limitación, en las siguientes aplicaciones: como papel moneda, billetes de banco, y certificados de bonos y de acciones, cheques, y similares; en libros, revistas, diarios, y arte; para empaquetado, por ejemplo, cartón, cartón corrugado, bolsas de papel, sobres, papel de envolver, cajas; en productos del hogar tal como el papel higiénico, pañuelos de papel, toallas de papel y servilletas de papel; papel de panal que se usa como material del núcleo en materiales compuestos; materiales para construcción; papel de construcción; vestimenta desechable; y en diversos usos industriales incluyendo papel de esmeril, papel de lija, papel secante, papel de tornasol, papel indicador universal, papel cromatográfico, separador de baterías, y capacitores dieléctricos.

20

El papel se produce generalmente por pulpeado de un material celulósico para formar una pulpa que contiene fibras celulósicas, amalgamando las fibras celulósicas para formar una banda húmeda, y secando la banda húmeda. En el papel terminado, las fibras se mantienen juntas por un entrelazado mecánico y enlaces de hidrógeno. El pulpaje puede llevarse a cabo de diferentes formas, por ejemplo: se usa un proceso químico (por ejemplo, el proceso Kraft), un proceso mecánico (pasta de madera triturada), o un proceso termomecánico (TMP). Las etapas de amalgamado y secado se hacen usando una máquina de papel de alta velocidad.

25

La fuente de fibras celulósicas más común es la pulpa de madera de árboles. La pulpa también deriva de papel recuperado ("reciclado"). También se usan los materiales de fibras vegetales, tales como algodón, cáñamo, lino y arroz. Otras fuentes de fibras que no provienen de madera incluyen, pero sin limitación, caña de azúcar, bagazo, paja, bambú, kenaf, yute, lino, y algodón. Una amplia diversidad de fibras sintéticas, tal como el polipropileno y polietileno, así como también otros ingredientes tales como cargas inorgánicas, pueden incorporarse al papel como un medio para conferir propiedades físicas deseadas.

30

Para muchas aplicaciones, es deseable que el papel tenga una alta fuerza y resistencia a la tracción, incluso en hojas muy delgadas, por ejemplo, cuando se usa el papel para empaquetamiento, en aplicaciones industriales, como en dinero, y en otras aplicaciones que requieren fuerza y durabilidad. También generalmente es deseable que el papel muestre buenas características de impresión, con las características particulares que dependen hasta cierta medida del proceso de impresión en el cual se usará el papel.

40

El documento US 4.382.847 describe un procedimiento de fabricación de productos adheridos, comprendido total o parcialmente por celulosa o un derivado de celulosa, se usa una resina de condensación entre un aldehído y melamina de urea o un tipo de fenol como adhesivo.

45

El documento US2004/0089429A1 describe el ablandamiento de papel mediante la aplicación de diversos tipos de radiación de 0,1 a 10 Mrads en 0,05 a 600 MeV, lo que da lugar a la rotura de enlaces de hidrógeno.

RESUMEN

50

La invención se basa, en parte, en el descubrimiento de que, por irradiación de los materiales fibrosos a niveles apropiados, las características físicas del material fibroso pueden ser alteradas favorablemente. Por ejemplo, puede alterarse el peso molecular, el nivel de entrecruzamiento, sitios de injerto, y/o grupos funcionales de al menos las porciones celulósicas de los materiales. Además, pueden afectarse favorablemente las propiedades físicas tales como la resistencia a la tracción y la resistencia al corte del material fibroso. Pueden usarse dosis relativamente más

55

bajas de radiación ionizante para aumentar el peso molecular del producto de papel, aumentando la resistencia a la tracción y otras propiedades mecánicas. También puede usarse la radiación ionizante para controlar la funcionalización del material fibroso, es decir, los grupos funcionales que están presentes sobre o dentro del material. La materia objeto de la invención se expone en las reivindicaciones adjuntas.

La invención muestra procedimientos para producir un producto de papel irradiado, que incluyen el tratamiento de un producto de papel que incluye un primer material que contiene carbohidratos que tiene un primer peso molecular con radiación ionizante para proporcionar un producto de papel irradiado que incluye un segundo material que contiene carbohidratos que tiene un segundo peso molecular más alto que el primer peso molecular.

5

La dosis de radiación ionizante puede ser de al menos 0,25 MRad. La dosis de radiación ionizante puede controlarse en un nivel de aproximadamente 0,25 a aproximadamente 5 MRad. El tratamiento puede incluir irradiar con radiación de haces de electrones. Los electrones en el haz de electrones pueden tener una energía de 0,25 MeV a 7,5 MeV. Los procedimientos pueden incluir además la inactivación del producto de papel tratado. Por ejemplo, la inactivación

10

puede realizarse con la presencia de un gas seleccionado para reaccionar con los radicales presentes en el producto de papel tratado.

15

En otro aspecto, la fabricación de un producto de papel incluye el tratamiento superficial de un material celulósico irradiado con un revestimiento o tinte.

20

En otro aspecto, la fabricación de un producto de papel incluye la irradiación de un material celulósico para proporcionar un material celulósico funcionalizado que tiene una pluralidad de sitios de injerto, y el injerto de un material en los sitios de injerto.

25

En algunas implementaciones, el material injertado en los sitios de injerto incluye un colorante reactivo.

30

En otro aspecto, la fabricación de un producto de papel incluye irradiar una combinación que incluye un material celulósico y un agente de injerto de tal manera que el agente de injerto se une al material celulósico.

35

En algunas implementaciones, el agente de injerto se une covalentemente al material celulósico.

40

El término "materia prima seca" como se usa en el presente documento, se refiere a una materia prima (por ejemplo, virutas u otro material fibroso celulósico o lignocelulósico) que tiene un contenido de humedad de menos del 25 %.

45

En cualquiera de los procedimientos descritos en el presente documento, la radiación puede aplicarse desde un dispositivo que está en una bóveda.

50

A menos que se defina lo contrario, todos los términos técnicos y científicos usados en el presente documento tienen el mismo significado que entienden normalmente los expertos en la materia a los que se dirige la presente invención. Aunque se pueden usar procedimientos y materiales similares o equivalentes a los descritos en el presente documento en la práctica o ensayo de la presente invención, a continuación, se describen procedimientos y materiales adecuados. En caso de conflicto, prevalecerá la presente memoria descriptiva, incluyendo las definiciones. Además, los materiales, procedimientos y ejemplos son solamente ilustrativos y no pretenden ser limitantes.

55

Otras características y ventajas de la invención serán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada, y de las reivindicaciones.

DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

60

La FIG. 1A es una vista esquemática de un sistema de pulpeado. La FIG. 1B es una vista esquemática del subsistema de pretratamiento del sistema de pulpeado que se muestra en la FIG. 1A.

La FIG. 2 es una vista esquemática de un sistema de fabricación de papel.

La FIG. 3 es un diagrama que ilustra el cambio de una estructura molecular y/o supramolecular de un material fibroso.

65

La FIG. 4 es una vista en perspectiva, en corte, de un irradiador gamma alojado en una bóveda de hormigón.

La FIG. 5 es una vista en perspectiva ampliada de la región, R, de la FIG. 4.

La FIG. 6 es un diagrama esquemático de un acelerador de CC.

70

La FIG. 7 es una vista esquemática de un sistema para sonicar una corriente de proceso de material celulósico en un medio líquido.

La FIG. 8 es una vista esquemática de un sonicador con dos transductores acoplados a un único resonador.

La FIG. 9 es una vista lateral esquemática en sección transversal de un dispositivo híbrido de haz de electrones/sonicación.

5 La FIG. 10 es un diagrama esquemático de una fuente de ionización de campo.

La FIG. 11 es un diagrama esquemático de un separador electrostático de iones.

La FIG. 12 es un diagrama esquemático de un generador de ionización de campo.

La FIG. 13 es un diagrama esquemático de una fuente de emisión termoiónica.

10 La FIG. 14 es un diagrama esquemático de una fuente iónica de descarga de microondas.

La FIG. 15 es un diagrama esquemático de un acelerador recirculante.

La FIG. 16 es un diagrama esquemático de un acelerador estático.

La FIG. 17 es un diagrama esquemático de un acelerador lineal dinámico.

La FIG. 18 es un diagrama esquemático de un acelerador de van de Graaff.

La FIG. 19 es un diagrama esquemático de un acelerador en tándem plegado.

15

DESCRIPCIÓN DETALLADA

Como se ha analizado anteriormente, la invención se basa, en parte, en el descubrimiento de que la irradiación de materiales fibrosos, es decir, materiales celulósicos y lignocelulósicos, en niveles apropiados, puede cambiar la estructura molecular de al menos una porción celulósica del material fibroso. El cambio en la estructura molecular incluye un cambio en un peso molecular promedio. Estos cambios en la estructura molecular pueden dar resultado a su vez en alteraciones favorables de las características físicas presentadas por los materiales fibrosos. Además, los grupos funcionales del material fibroso pueden alterarse de manera favorable.

20 25 Por ejemplo, las siguientes propiedades pueden aumentarse un 10, 20, 30, 40, 50, 75 o incluso un 100 %, con respecto a las mismas propiedades, antes de la irradiación:

TAPPI T494 om-06, propiedades de tracción del papel y el cartón (usando una tasa constante del aparato de elongación), incluyendo la resistencia a la tracción y longitud de ruptura;

30 Procedimiento TAPPI T 414 om-04, resistencia al desgarro interna del papel (procedimiento tipo Elmendorf);

Procedimiento TAPPI T 403 om-02, resistencia al estallido del papel; y

Procedimiento TAPPI T 451 cm-84, propiedades de flexión del papel (rigidez de Clark).

35 Se han descrito diversos materiales celulósicos y lignocelulósicos, sus usos y aplicaciones en las Patentes de Estados Unidos N.º 7.307.108, 7.074.918, 6.448.307, 6.258.876, 6.207.729, 5.973.035 y 5.952.105; y en diversas solicitudes de patente, incluyendo "FIBROUS MATERIALS AND COMPOSITES," PCT/US2006/010648, presentado el 23 de marzo de 2006, y "FIBROUS MATERIALS AND COMPOSITES," Publicación de Solicitud de Patente N.º 2007/0045456. El material celulósico o lignocelulósico puede incluir, por ejemplo, desperdicios de papel, madera, tableros de partículas, serrín, ensilados, pastos, cáscaras de arroz, bagazo, algodón, yute, cáñamo, lino, bambú, 40 sisal, cáñamo de Manila, paja, mazorcas de maíz, hojas y tallos de maíz, césped de pradera, alfalfa, heno, cáscaras de arroz, fibras de coco, algodón, algas marinas, algas y mezclas de los mismos.

45 Pueden aplicarse dosis de radiación ionizante relativamente menores en una o más fases de un proceso de producción de papel y/o sobre un producto de papel terminado, para aumentar el peso molecular y el nivel de reticulación de un producto de papel.

50 La radiación ionizante también puede usarse para controlar la funcionalización del material fibroso, es decir, los grupos funcionales que están presentes en o dentro del material, con lo que puede aumentarse la solubilidad y/o dispersabilidad durante el pulpaje, y puede afectar favorablemente las propiedades superficiales de un producto de papel, por ejemplo, la receptividad de la superficie a revestimientos, tintas y colorantes.

Cada uno de estos procesos será analizado en detalle más adelante.

55 Las etapas de irradiación analizadas anteriormente pueden combinarse de diversas maneras. Algunos ejemplos de procesos que incluyen irradiación incluyen los siguientes:

(a) Irradiar sólo con una dosis baja de radiación ionizante, para aumentar el peso molecular, y pulpaje convencionalmente. La irradiación se puede realizar en cualquier fase del proceso de fabricación de papel, o en el papel acabado.

(b) Irradiar varias veces para conseguir una dosis final dada, por ejemplo, administrando una dosis de 1 MRad repetida 10 veces, para proporcionar una dosis final de 10 MRad. Esto puede evitar el sobrecalentamiento del material irradiado, particularmente si el material se enfría entre dosis.

5 Irradiación para aumentar el peso molecular

Dosis relativamente bajas de radiación ionizante pueden reticular, injertar o aumentar de otro modo el peso molecular de un material que contiene carbohidratos, tal como un material celulósico o lignocelulósico (por ejemplo, celulosa). En algunas realizaciones, el peso molecular promedio en número de partida (antes de la irradiación) de un producto de papel o un precursor de un producto de papel es de aproximadamente 20.000 a aproximadamente 500.000, por ejemplo, de aproximadamente 25.000 a aproximadamente 100.000. El peso molecular promedio en número después de la irradiación es mayor que el peso molecular medio numérico, por ejemplo, en al menos aproximadamente el 10 %, 25 %, 50 %, 75 %, 100 %, 150 %, 200 %, 300 %, o como mucho el 500 %. Por ejemplo, si el peso molecular promedio en número de partida está en el intervalo de aproximadamente 20.000 a aproximadamente 100.000, el peso molecular promedio en número después de la irradiación es, en algunos casos, de aproximadamente 40.000 a aproximadamente 200.000.

Los nuevos procedimientos pueden usarse para alterar favorablemente las propiedades de los papeles a base de celulosa aplicando radiación en una o más fases seleccionadas del proceso de fabricación de papel. En algunos casos, la irradiación mejorará la fuerza y la resistencia al desgarro del papel, aumentando la resistencia de las fibras celulósicas de las que está hecho el papel. Además, el tratamiento del material celulósico con radiación puede esterilizar el material, lo que puede reducir la tendencia del papel a promover el crecimiento del moho, mildiú y similares. La irradiación se realiza generalmente de una manera controlada y predeterminada para proporcionar propiedades óptimas para una aplicación particular, tal como resistencia, seleccionando el tipo o tipos de radiación empleados y/o la dosis de radiación aplicada.

Una dosis baja de radiación ionizante puede aplicarse para aumentar el peso molecular, por ejemplo, después del pulpage y antes de la amalgamación de las fibras convertidas en pulpa en una banda; a la banda de fibra húmeda; a la banda de papel durante o después del secado; o a la banda de papel secada, por ejemplo, antes, durante o después de etapas de procesamiento posteriores tales como dimensionamiento, revestimiento y calandrado. Se prefiere generalmente que la radiación se aplique a la banda cuando tiene un contenido de humedad relativamente bajo. En el ejemplo mostrado en la FIG. 2, se puede realizar la irradiación durante el secado y el acabado, por ejemplo, entre las operaciones de dimensionamiento, secado, prensado y calandrado, o durante el post-procesamiento, por ejemplo, al papel acabado en forma de rollo, rollo en tiras o lámina.

Como se ha indicado anteriormente, en algunas realizaciones la radiación se aplica en más de un punto durante el proceso de fabricación. Por ejemplo, se puede usar radiación ionizante a una dosis relativamente alta para formar o para ayudar a formar la pulpa, y luego más tarde a una dosis relativamente inferior para aumentar el peso molecular de las fibras en el papel. Como se analizará con más detalle a continuación, también se puede aplicar radiación al papel acabado de manera que afecte favorablemente a los grupos funcionales presentes dentro y/o sobre la superficie del papel. Se puede aplicar una radiación de dosis alta al papel acabado en áreas seleccionadas de la banda de papel para crear zonas debilitadas localmente, por ejemplo, para proporcionar zonas de desgarro.

En la práctica, utilizando la tecnología existente, es generalmente más deseable integrar la etapa de irradiación en el proceso de fabricación de papel, bien después del pulpeado y antes de la introducción de la pulpa en la máquina de fabricación de papel, o después de que la banda haya salido de la máquina, típicamente después del secado y del dimensionamiento. Sin embargo, como se ha indicado anteriormente, la irradiación puede realizarse en cualquier fase deseada en el proceso.

Si se desea, se pueden añadir diversos aditivos de reticulación a la pulpa para mejorar la reticulación en respuesta a la irradiación. Tales aditivos incluyen materiales que son reticulables y materiales que ayudarán con la reticulación. Los aditivos reticulantes incluyen, pero sin limitación, lignina, almidón, diacrilatos, compuestos divinílicos y polietileno. En algunas implementaciones, dichos aditivos se incluyen en concentraciones de aproximadamente el 0,25 % a aproximadamente el 2,5 %, por ejemplo, de aproximadamente el 0,5 % a aproximadamente el 1,0 %.

Irradiación para afectar a los grupos funcionales del material

Después del tratamiento con una o más radiaciones ionizantes, tales como radiación fotónica (por ejemplo, rayos X o rayos gamma), radiación de haz electrónico o irradiación con partículas más pesadas que electrones cargados

positivamente o negativamente (por ejemplo, protones o iones carbono), cualquiera de los materiales o mezclas que contienen carbohidratos que se describe en el presente documento se ioniza; es decir, incluyen radicales a niveles que son detectables, por ejemplo, con un espectrómetro de resonancia de espín electrónico. Después de la ionización, cualquier material que ha sido ionizado se puede inactivar para reducir el nivel de radicales en el material

5 ionizado, por ejemplo, de modo que los radicales ya no sean detectables con el espectrómetro de resonancia de espín electrónico. Por ejemplo, los radicales pueden inactivarse mediante la aplicación de una presión suficiente al material ionizado y/o poniendo en contacto el material ionizado con un fluido, tal como un gas o un líquido, que reacciona con (inactiva) los radicales. Pueden utilizarse diversos gases, por ejemplo, nitrógeno u oxígeno, o líquidos, para al menos facilitar la inactivación de los radicales y funcionalizar el material ionizado con los grupos funcionales

10 deseados. Por lo tanto, se puede usar irradiación seguida de inactivación para proporcionar pulpa o papel con grupos funcionales deseados, incluyendo, por ejemplo, uno o más de los siguientes: grupos aldehído, grupos enol, grupos nitrilo, grupos nitro, grupos cetona, grupos amino, grupos alquil amino, grupos alquilo, grupos cloroalquilo, grupos clorofluoroalquilo, y/o grupos de ácido carboxílico. Estos grupos aumentan la hidrofiliidad de la región del material donde están presentes. En algunas implementaciones, la banda de papel se irradia y se inactiva,

15 antes o después de etapas de procesamiento tales como revestimiento y calandrado, para afectar a la funcionalidad dentro y/o en la superficie del papel y, de este modo, afectar a la receptividad de la tinta y otras propiedades del papel. En otras implementaciones, la materia prima de papel se irradia con una dosis relativamente alta de radiación ionizante, para facilitar el despulpado, y luego se inactiva más tarde para mejorar la estabilidad del material ionizado en la pulpa.

20

La FIG. 3 ilustra el cambio de una estructura molecular y/o supramolecular de material fibroso, tal como materia prima de papel, precursor de papel (por ejemplo, una banda de papel húmedo), o papel, pretratando el material fibroso con radiación ionizante, tal como con electrones o iones de suficiente energía para ionizar el material, para proporcionar un primer nivel de radicales. Como se muestra en la FIG. 3, si el material ionizado permanece en la

25 atmósfera, se oxidará, por ejemplo, en una extensión en la que se generen grupos ácido carboxílico por reacción con el oxígeno atmosférico. En algunos casos, con algunos materiales, se desea dicha oxidación, ya que puede ayudar a una descomposición adicional del peso molecular del material que contiene carbohidratos (por ejemplo, si se utiliza radiación para facilitar el pulpaje). Sin embargo, dado que los radicales pueden "vivir" durante algún tiempo después de la irradiación, por ejemplo, más de 1 día, 5 días, 30 días, 3 meses, 6 meses, o incluso más de 1 año, las

30 propiedades del material pueden seguir cambiando con el tiempo, que en algunos casos pueden ser indeseables.

La detección de radicales en muestras irradiadas mediante espectroscopia de resonancia de espín electrónico y las vidas de los radicales en tales muestras se analiza en Bartolotta et al., *Physics in Medicine and Biology*, 46 (2001), 461-471 y en Bartolotta et al., *Radiation Protection Dosimetry*, Vol. 84, N.º 1-4, págs. 293-296 (1999). Como se

35 muestra en la FIG. 3, el material ionizado puede inactivarse para funcionalizar y/o estabilizar el material ionizado.

En algunas realizaciones, la inactivación incluye la aplicación de presión al material ionizado, tal como por deformación mecánica del material, por ejemplo, compresión mecánica directa del material en una, dos o tres

40 dimensiones, o aplicación de presión al fluido en el que el material se sumerge, por ejemplo, prensado isostático. En el caso del papel que se ha ionizado, se puede aplicar presión, por ejemplo, pasando el papel a través de un estrechamiento. En tales casos, la deformación del propio material trae radicales, que a menudo están atrapados en dominios cristalinos, en proximidad lo suficientemente cerca para que los radicales se recombinen o reaccionen con otro grupo. En algunos casos, la presión se aplica junto con la aplicación de calor, por ejemplo, una cantidad de

45 calor suficiente para elevar la temperatura del material por encima de un punto de fusión o punto de reblandecimiento de un componente del material ionizado, tal como lignina, celulosa o hemicelulosa. El calor puede mejorar la movilidad molecular en el material, lo que puede facilitar la inactivación de los radicales. Cuando la presión se utiliza para la inactivación, la presión puede ser mayor de aproximadamente 1000 psi, tal como mayor de

aproximadamente 1250 psi, 1450 psi, 3625 psi, 5075 psi, 7250 psi, 10000 psi o incluso mayor de 15000 psi.

50 En algunas realizaciones, la inactivación incluye el contacto del material ionizado con fluido, tal como líquido o gas, por ejemplo, un gas capaz de reaccionar con los radicales, tal como acetileno o una mezcla de acetileno en nitrógeno, etileno, etilenos clorados o clorofluoroetilenos, propileno o mezclas de estos gases. En otras realizaciones particulares, la inactivación incluye poner en contacto el material ionizado con líquido, por ejemplo, un líquido soluble

55 en, o al menos capaz de penetrar en el material ionizado y reaccionar con los radicales, tal como un dieno, tal como 1,5-ciclooctadieno. En algunas realizaciones específicas, el enfriamiento incluye el contacto del material ionizado con un antioxidante, tal como la vitamina E. Si se desea, el material puede incluir un antioxidante dispersado en el mismo, y la inactivación puede proceder del contacto con el antioxidante dispersado en el material con los radicales.

Son posibles otros procedimientos para la inactivación. Por ejemplo, cualquier procedimiento para inactivar radicales

60 en materiales poliméricos descritos en Muratoglu et al., *Publicación de Patente de Estados Unidos N.º*

2008/0067724 y Muratoglu et al., Patente de Estados Unidos N.º 7,166,650 se puede utilizar para inactivar cualquier material ionizado descrito en el presente documento. Además, se puede utilizar cualquier agente de inactivación (descrito como un "agente sensibilizante" en las descripciones de Muratoglu mencionadas anteriormente) y/o cualquier antioxidante descrito en cualquiera de las referencias de Muratoglu, para inactivar cualquier material ionizado.

La funcionalización puede mejorarse utilizando iones cargados pesados, tales como cualquiera de los iones más pesados descritos en el presente documento. Por ejemplo, si se desea aumentar la oxidación, pueden utilizarse iones de oxígeno cargados para la irradiación. Si se desean grupos funcionales de nitrógeno, pueden utilizarse iones de nitrógeno o cualquier ion que incluya nitrógeno. De la misma manera, si se desean grupos de azufre o fósforo, se pueden usar iones de azufre o fósforo en la irradiación.

En algunas realizaciones, después de la inactivación, cualquiera de los materiales ionizados apagados descritos en el presente documento puede tratarse adicionalmente con una o más dosis adicionales de radiación, tales como radiación ionizante o no ionizante, sonicación, pirólisis y oxidación para un cambio de estructura molecular y/o supramolecular adicional.

En algunas realizaciones, el material fibroso se irradia bajo una manta de gas inerte, por ejemplo, helio o argón, antes de la inactivación.

La ubicación de los grupos funcionales puede controlarse, por ejemplo, seleccionando un tipo y dosis particulares de partículas ionizantes. Por ejemplo, la radiación gamma tiende a afectar a la funcionalidad de las moléculas dentro del papel, mientras que la radiación de haz de electrones tiende a afectar preferiblemente a la funcionalidad de las moléculas en la superficie.

En algunos casos, la funcionalización del material puede ocurrir simultáneamente con la irradiación, en lugar de como resultado de una etapa de inactivación por separado. En este caso, el tipo de grupos funcionales y el grado de oxidación pueden verse afectados de diversas maneras, por ejemplo, controlando el gas que cubre el material a irradiar, a través del cual pasa el haz de irradiación. Los gases adecuados incluyen nitrógeno, oxígeno, aire, ozono, dióxido de nitrógeno, dióxido de azufre y cloro.

En algunas realizaciones, la funcionalización da lugar a la formación de grupos enol en el material fibroso. Cuando el material fibroso es papel, esto puede aumentar la receptividad del papel a las tintas, adhesivos, revestimientos y similares, y puede proporcionar sitios de injerto. Los grupos enol pueden ayudar a descomponer el peso molecular, especialmente en presencia de base o ácido añadido. Por lo tanto, la presencia de dichos grupos puede ayudar con el pulpaje. En el producto de papel acabado, generalmente el pH es lo suficientemente cercano al neutro ya que estos grupos no causarán una disminución perjudicial en el peso molecular.

Exposición de haz de partículas en fluidos

En algunos casos, los materiales celulósicos o lignocelulósicos pueden exponerse a un haz de partículas en presencia de uno o más fluidos adicionales (por ejemplo, gases y/o líquidos). La exposición de un material a un haz de partículas en presencia de uno o más fluidos adicionales puede aumentar la eficacia del tratamiento.

En algunas realizaciones, el material se expone a un haz de partículas en presencia de un fluido tal como aire. Las partículas aceleradas en uno o más de los tipos de aceleradores descritos en el presente documento (u otro tipo de acelerador) se acoplan fuera del acelerador a través de un puerto de salida (por ejemplo, una membrana delgada tal como una lámina metálica), pasan a través de un volumen de espacio ocupado por el fluido, y luego inciden sobre el material. Además de tratar directamente el material, algunas de las partículas generan especies químicas adicionales interactuando con partículas de fluido (por ejemplo, iones y/o radicales generados a partir de diversos constituyentes de aire, tales como ozono y óxidos de nitrógeno). Estas especies químicas generadas también pueden interactuar con el material, y pueden actuar como iniciadores para una diversidad de reacciones de ruptura de enlaces químicos diferentes en el material. Por ejemplo, cualquier oxidante producido puede oxidar el material, lo que puede dar como resultado una reducción del peso molecular.

En ciertas realizaciones, se pueden introducir selectivamente fluidos adicionales en la trayectoria de un haz de partículas antes de que el haz incida sobre el material. Como se ha analizado anteriormente, las reacciones entre las partículas del haz y las partículas de los fluidos introducidos pueden generar especies químicas adicionales, que reaccionan con el material y pueden facilitar la funcionalización del material, y/o de otra manera alterar selectivamente ciertas propiedades del material. El uno o más fluidos adicionales se pueden dirigir hacia la

trayectoria del haz desde un tubo de suministro, por ejemplo. La dirección y el caudal del fluido o fluidos que se introducen se pueden seleccionar de acuerdo con una tasa de exposición deseada y/o una dirección para controlar la eficacia del tratamiento global, incluyendo los efectos resultantes tanto del tratamiento a base de partículas como de los efectos que se deben a la interacción de especies generadas dinámicamente del fluido introducido con el material. Además del aire, los fluidos ejemplares que se pueden introducir en el haz de iones incluyen oxígeno, nitrógeno, uno o más gases nobles, uno o más halógenos, e hidrógeno.

Enfriamiento de materiales irradiados

10 Durante el tratamiento de los materiales analizados anteriormente con radiación ionizante, especialmente a tasas de dosis altas, tales como a velocidades mayores de 0,15 Mrad por segundo, por ejemplo 0,25 Mrad/s, 0,35 Mrad/s, 0,5 Mrad/s, 0,75 Mrad/s o incluso mayores de 1 Mrad/s, los materiales pueden retener cantidades significativas de calor de manera que la temperatura del material se eleve. Si bien en algunas realizaciones pueden ser ventajosas temperaturas más elevadas, por ejemplo, cuando se desea una velocidad de reacción más rápida, es ventajoso 15 controlar el calentamiento para retener el control sobre las reacciones químicas iniciadas por la radiación ionizante, tales como reticulación, escisión de cadena y/o injerto, por ejemplo, para mantener el control del proceso.

Por ejemplo, en un procedimiento, el material se irradia a una primera temperatura con radiación ionizante, tal como fotones, electrones o iones (por ejemplo, cationes o aniones con carga singular o múltiple), durante un tiempo 20 suficiente y/o una dosis suficiente para elevar el material a una segunda temperatura más alta que la primera temperatura. El material irradiado se enfría entonces a una tercera temperatura por debajo de la segunda temperatura. Si se desea, el material enfriado se puede tratar una o más veces con radiación, por ejemplo, con radiación ionizante. Si se desea, puede aplicarse enfriamiento al material después y/o durante cada tratamiento de radiación.

25 En algunos casos, el enfriamiento puede incluir el contacto del material con un fluido, tal como un gas, a una temperatura por debajo de la primera o segunda temperatura, tal como nitrógeno gaseoso a o aproximadamente 77 K. Puede utilizarse incluso agua, tal como agua a una temperatura por debajo de la temperatura ambiente nominal (por ejemplo, 25 grados Celsius) en algunas implementaciones.

30

Tipos de radiación

La radiación puede proporcionarse, por ejemplo, mediante: 1) partículas cargadas pesadas, tales como partículas alfa; 2) electrones, producidos, por ejemplo, en aceleradores de decaimiento beta o de haz de electrones; o 3) 35 radiación electromagnética, por ejemplo, rayos gamma, rayos X o rayos ultravioleta. Diferentes formas de radiación ionizan el material celulósico o lignocelulósico a través de interacciones particulares, determinadas por la energía de la radiación.

Las partículas cargadas pesadas ionizan principalmente materia a través de la dispersión de Coulomb; además, 40 estas interacciones producen electrones energéticos que pueden ionizar adicionalmente la materia. Las partículas alfa son idénticas al núcleo de un átomo de helio y se producen por el decaimiento alfa de diversos núcleos radiactivos, tales como isótopos de bismuto, polonio, astatina, radón, francio, radio, varios actínidos, tal como actinio, torio, uranio, neptunio, curio, californio, americio y plutonio.

45 Los electrones interactúan a través de dispersión de Coulomb y radiación de bremsstrahlung producida por cambios en la velocidad de los electrones. Los electrones pueden ser producidos por núcleos radiactivos que sufren decaimiento beta, tal como isótopos de yodo, cesio, tecnecio e iridio. Como alternativa, se puede usar un cañón de electrones como fuente de electrones a través de emisión termiónica.

50 La radiación electromagnética interactúa a través de tres procesos: absorción fotoeléctrica, dispersión de Compton y producción de pares. La interacción dominante está determinada por la energía de la radiación incidente y el número atómico del material. La suma de interacciones que contribuyen a la radiación absorbida en material celulósico puede expresarse por el coeficiente de absorción de masa.

55 La radiación electromagnética está subclasificada como rayos gamma, rayos X, rayos ultravioletas, rayos infrarrojos, microondas u ondas de radio, dependiendo de su longitud de onda.

Por ejemplo, se puede emplear radiación gamma para irradiar los materiales. Haciendo referencia a las FIGS. 4 y 5 (una vista ampliada de la región R), un irradiador gamma 10 incluye fuentes de radiación gamma 408, por ejemplo, 60 gránulos de ⁶⁰Co, una mesa de trabajo 14 para contener los materiales a irradiar y un almacenamiento 16, por

ejemplo, hecho de una pluralidad de placas de hierro, cada una de las cuales están alojadas en una cámara de contención de hormigón (bóveda) 20 que incluye una entrada de laberinto 22 más allá de una puerta con revestimiento de plomo 26. El almacenamiento 16 define una pluralidad de canales 30, por ejemplo, dieciséis o más canales, permitiendo que las fuentes de radiación gamma pasen a través del almacenamiento en su camino cerca de la mesa de trabajo.

En funcionamiento, la muestra a irradiar se coloca sobre una mesa de trabajo. El irradiador está configurado para suministrar la tasa de dosis deseada y el equipo de monitorización está conectado a un bloque experimental 31. El operario abandona entonces la cámara de contención, pasando a través de la entrada de laberinto y a través de la puerta revestida de plomo. El operador se encarga de un panel de control 32, que ordena a un ordenador 33 elevar las fuentes de radiación 12 a la posición de trabajo usando el cilindro 36 unido a la bomba hidráulica 40.

La radiación gamma tiene la ventaja de una profundidad de penetración significativa en una diversidad de materiales en la muestra. Las fuentes de rayos gamma incluyen núcleos radiactivos, tales como isótopos de cobalto, calcio, tecnecio, cromo, galio, indio, yodo, hierro, criptón, samario, selenio, sodio, talio y xenón.

Las fuentes de rayos X incluyen colisión de haz de electrones con dianas metálicas, tales como tungsteno o molibdeno o aleaciones, o fuentes de luz compactas, tales como las producidas comercialmente por Lyncean Technologies, Inc., de Palo Alto, CA.

Las fuentes de radiación ultravioleta incluyen lámparas de deuterio o cadmio.

Las fuentes de radiación infrarroja incluyen las lámparas de cerámica de ventana de zafiro, cinc o selenuro.

Las fuentes para microondas incluyen klystrons, fuentes de RF tipo Slevin o fuentes de haz de átomos que emplean gases de hidrógeno, oxígeno o nitrógeno.

En algunas realizaciones, se utiliza un haz de electrones como fuente de radiación. Un haz de electrones tiene las ventajas de altas tasas de dosis (por ejemplo, 1, 5, o incluso 10 MRad por segundo), alto rendimiento, menos contención y menos equipo de confinamiento. Los electrones también pueden ser más eficientes para provocar la escisión de la cadena. Además, los electrones que tienen energías de 4-10 MeV pueden tener profundidades de penetración de 5 a 30 mm o más, tal como 40 mm.

Pueden generarse haces de electrones, por ejemplo, mediante generadores electrostáticos, generadores en cascada, generadores de transformadores, aceleradores de baja energía con un sistema de exploración, aceleradores de baja energía con un cátodo lineal, aceleradores lineales y aceleradores pulsados. Los electrones como fuente de radiación ionizante pueden ser útiles, por ejemplo, para materiales relativamente finos, por ejemplo, menos de 0,5 pulgadas, por ejemplo, menos de 0,4 pulgadas, 0,3 pulgadas, 0,2 pulgadas o menos de 0,1 pulgadas. En algunas realizaciones, la energía de cada electrón del haz de electrones es de aproximadamente 0,25 MeV a aproximadamente 7,5 MeV (millones de electrón-voltios), por ejemplo, de aproximadamente 0,5 MeV a aproximadamente 5,0 MeV, o de aproximadamente 0,7 MeV a aproximadamente 2,0 MeV. Los dispositivos de irradiación de haz de electrones pueden obtenerse comercialmente en Ion Beam Applications, Louvain-la-Neuve, Bélgica o de Titan Corporation, San Diego, CA. Las energías de electrones típicas pueden ser 1, 2, 4,5, 7,5 o 10 MeV. La potencia típica del dispositivo de irradiación de haz de electrones puede ser de 1, 5, 10, 20, 50, 100, 250 o 500 kW. Las dosis típicas pueden tomar valores de 1, 5, 10, 20, 50, 100 o 200 kGy.

Las compensaciones al considerar las especificaciones de potencia del dispositivo de irradiación de haz de electrones incluyen costes operativos, costes de capital, depreciación y huella del dispositivo. Las compensaciones al considerar los niveles de dosis de exposición de la irradiación de haz de electrones serán los costes de energía y las preocupaciones ambientales, de seguridad y salud (ESH). Los generadores se alojan típicamente en una bóveda, por ejemplo, de plomo o de hormigón.

El dispositivo de irradiación de haz de electrones puede producir un haz fijo o un haz de exploración. Un haz de exploración puede ser ventajoso con una gran longitud de barrido de exploración y altas velocidades de barrido, ya que esto reemplazará eficazmente una gran anchura de haz fijo. Además, se dispone de anchuras de barrido disponibles de 0,5 m, 1 m, 2 m o más.

En las realizaciones en las que la irradiación se realiza con radiación electromagnética, la radiación electromagnética puede tener una energía por fotón (en electrón-voltios), por ejemplo, superior a 10^2 eV, por ejemplo, superior a 10^3 , 10^4 , 10^5 , 10^6 o incluso superior a 10^7 eV. En algunas realizaciones, la radiación

electromagnética tiene energía por fotón de entre 10^4 y 10^7 , por ejemplo, entre 10^5 y 10^6 eV. La radiación electromagnética puede tener una frecuencia de, por ejemplo, superior a 10^{16} hz, superior a 10^{17} hz, 10^{18} , 10^{19} , 10^{20} o incluso superior a 10^{21} hz. En algunas realizaciones, la radiación electromagnética tiene una frecuencia de entre 10^{18} y 10^{22} hz, por ejemplo, entre 10^{19} a 10^{21} hz.

5

Un tipo de acelerador que se puede usar para acelerar los iones producidos usando las fuentes analizadas anteriormente es un Dynamitron® (disponible, por ejemplo, en Radiation Dynamics Inc., ahora una unidad de IBA, Louvain-la-Neuve, Bélgica). Un diagrama esquemático de un acelerador Dynamitron® 1500 se muestra en la FIG. 6. El acelerador 1500 incluye un inyector 1510 (que incluye una fuente de iones) y una columna de aceleración 1520 que incluye una pluralidad de electrodos anulares 1530. El inyector 1510 y la columna 1520 están alojados dentro de un recinto 1540 que es evacuado por una bomba de vacío 1600.

El inyector 1510 produce un haz de iones 1580, e introduce el haz 1580 en la columna de aceleración 1520. Los electrodos anulares 1530 se mantienen a diferentes potenciales eléctricos, de manera que los iones se aceleran a medida que pasan a través de espacios entre los electrodos (por ejemplo, los iones se aceleran en los huecos, pero no dentro de los electrodos, donde los potenciales eléctricos son uniformes). A medida que los iones se desplazan desde la parte superior de la columna 1520 hacia el fondo de la FIG. 6, la velocidad media de los iones aumenta. La separación entre los electrodos anulares posteriores 1530 aumenta típicamente, por lo tanto, para alojar la velocidad iónica media más alta.

20

Después de que los iones acelerados han atravesado la longitud de la columna 1520, el haz de iones acelerado 1590 se acopla fuera del recinto 1540 a través del tubo de suministro 1555. La longitud del tubo de suministro 1555 se selecciona para permitir que un blindaje adecuado (por ejemplo, blindaje de hormigón) esté situado adyacente a la columna 1520, aislando la columna. Después de pasar a través del tubo 1555, el haz de iones 1590 pasa a través del imán de exploración 1550. El imán de exploración 1550, que está controlado por una unidad lógica externa (no mostrada), puede barrer el haz de iones acelerado 1590 de manera controlada a través de un plano bidimensional orientado perpendicularmente a un eje central de la columna 1520. Como se muestra en la FIG. 6, el haz de iones 1590 pasa a través de la ventana 1560 (por ejemplo, una ventana o pantalla de lámina metálica) y luego se dirige para incidir en regiones seleccionadas de una muestra 1570 por el imán de exploración 1550.

30

En algunas realizaciones, los potenciales eléctricos aplicados a los electrodos 1530 son potenciales estáticos, generados, por ejemplo, por fuentes potenciales de corriente continua. En ciertas realizaciones, algunos o todos los potenciales eléctricos aplicados a los electrodos 1530 son potenciales variables generados por fuentes potenciales variables. Las fuentes variables adecuadas de grandes potenciales eléctricos incluyen fuentes de campo amplificadas, por ejemplo, tales como klystrons. Por consiguiente, dependiendo de la naturaleza de los potenciales aplicados a los electrodos 1530, el acelerador 1500 puede funcionar de modo pulsado o continuo.

Para conseguir una energía de iones acelerada seleccionada en el extremo de salida de la columna 1520, la longitud de la columna 1520 y los potenciales aplicados a los electrodos 1530 se eligen basándose en consideraciones ya conocidas en la técnica. Sin embargo, es notable que para reducir la longitud de la columna 1520, pueden usarse iones con carga múltiple en lugar de iones cargados individualmente. Es decir, el efecto acelerador de una diferencia de potencial eléctrico seleccionada entre dos electrodos es mayor para un ión que lleva una carga de magnitud 2 o más que para un ión que lleva una carga de magnitud 1. Por lo tanto, un ión arbitrario X^{2+} puede acelerarse hasta una energía final E sobre una longitud más corta que un ión arbitrario correspondiente X^+ . Los iones cargados de forma triple y cuádruple (por ejemplo, X^{3+} y X^{4+}) pueden acelerarse hasta una energía final E incluso a distancias más cortas. Por lo tanto, la longitud de la columna 1520 puede reducirse significativamente cuando el haz de iones 1580 incluye principalmente especies de iones con múltiples cargas.

Para acelerar los iones cargados positivamente, las diferencias de potencial entre los electrodos 1530 de la columna 1520 se seleccionan de manera que la dirección de la intensidad de campo creciente en la FIG. 6 es descendente (por ejemplo, hacia el fondo de la columna 1520). Por el contrario, cuando se usa el acelerador 1500 para acelerar los iones cargados negativamente, las diferencias de potencial eléctrico entre los electrodos 1530 se invierten en la columna 1520, y la dirección de la intensidad de campo creciente en la FIG. 6 es ascendente (por ejemplo, hacia la parte superior de la columna 1520). La reconfiguración de los potenciales eléctricos aplicados a los electrodos 1530 es un procedimiento directo, de manera que el acelerador 1500 pueda convertirse relativamente rápido de iones positivos en aceleración a iones negativos en aceleración, o viceversa. De manera similar, el acelerador 1500 puede convertirse rápidamente de iones cargados individualmente en aceleración a iones con múltiples cargas en aceleración, y viceversa.

Dosis

En algunas realizaciones, la irradiación de dosis alta, para reducir el peso molecular (con cualquier fuente de radiación o una combinación de fuentes), se realiza hasta que el material recibe una dosis de al menos 2,5 MRad, por ejemplo, al menos 5,0, 7,5, 10,0, 100 o 500 MRad. En algunas realizaciones, la irradiación se realiza hasta que el material recibe una dosis de entre 3,0 MRad y 100 MRad, por ejemplo, entre 10 MRad y 100 MRad o entre 25 MRad y 75 MRad. Si se utiliza radiación gamma, la dosis estará generalmente hacia el extremo superior de estos intervalos, mientras que, si se usa radiación de haz de electrones, la dosis puede, en algunas realizaciones, estar hacia el extremo inferior. Las velocidades de dosificación también estarán hacia el extremo inferior para algunos materiales celulósicos que ya tienen un peso molecular relativamente bajo, por ejemplo, papel reciclado.

En algunas realizaciones, la irradiación de dosis baja, para aumentar el peso molecular (con cualquier fuente de radiación o una combinación de fuentes), se realiza hasta que el material recibe una dosis de al menos 0,05 MRad, por ejemplo, al menos 0,1, 0,25, 1,0, 2,5 o 5,0 MRad. En algunas realizaciones, la irradiación se realiza hasta que el material recibe una dosis de entre 0,1 y 2,5 MRad. Otros intervalos adecuados incluyen entre 0,25 MRad y 4,0 MRad, entre 0,5 MRad y 3,0 MRad, y entre 1,0 MRad y 2,5 MRad.

Las dosis analizadas anteriormente, tanto altas como bajas, son también adecuadas para la funcionalización del material, siendo el grado de funcionalización generalmente mayor cuanto mayor sea la dosis.

En algunas realizaciones, la irradiación se realiza a una tasa de dosis de entre 5,0 y 1500,0 kilorads/hora, por ejemplo, entre 10,0 y 750,0 kilorads/hora o entre 50,0 y 350,0 kilorads/hora. Cuando se desea un alto rendimiento, por ejemplo, en un proceso de fabricación de papel a alta velocidad, la radiación se puede aplicar a, por ejemplo, 0,5 a 3,0 MRad/seg, o incluso más rápido, usando enfriamiento para evitar el sobrecalentamiento del material irradiado.

En algunas realizaciones en las que se irradia papel revestido, el revestimiento de papel incluye resina que es reticulable, por ejemplo, diacrilato o polietileno. Como tal, la resina se reticula a medida que el material que contiene carbohidratos se irradia para aumentar su peso molecular, lo que puede proporcionar un efecto sinérgico para optimizar la resistencia al desgaste y otras propiedades superficiales del papel. En estas realizaciones, la dosis de radiación se selecciona para que sea suficientemente alta para aumentar el peso molecular de las fibras celulósicas, es decir, de al menos aproximadamente 0,25 a aproximadamente 2,5 MRad, dependiendo del material, mientras que es suficientemente baja para evitar afectar de forma perjudicial al revestimiento de papel. El límite superior en la dosis variará dependiendo de la composición del revestimiento, pero en algunas realizaciones, la dosis preferida es menor de aproximadamente 5 MRad.

En algunas realizaciones, se utilizan dos o más fuentes de radiación, tales como dos o más radiaciones ionizantes. Por ejemplo, las muestras pueden tratarse, en cualquier orden, con un haz de electrones, seguido de radiación gamma y/o luz UV que tiene longitudes de onda de aproximadamente 100 nm a aproximadamente 280 nm. En algunas realizaciones, las muestras se tratan con tres fuentes de radiación ionizante, tales como un haz de electrones, radiación gamma y luz UV energética.

Energía acústica

La radiación se puede usar en combinación con energía acústica, por ejemplo, energía sónica o ultrasónica, para mejorar el rendimiento del material y/o las características, y/o para minimizar el uso de energía. Por ejemplo, la energía acústica puede usarse en combinación con radiación de dosis alta para mejorar el proceso de pulpage.

Haciendo referencia de nuevo a la FIG. 1A, en el sistema de pretratamiento 114, un material de partida que se utilizará para formar la pulpa, por ejemplo, astillas de madera, puede someterse a una etapa de sonicación en línea usando energía acústica.

La FIG. 7 muestra un sistema general en el que la corriente de material celulósico 1210 (por ejemplo, materia prima para hacer pulpa) se mezcla con la corriente de agua 1212 en el depósito 1214 para formar la corriente de proceso 1216. Una primera bomba 1218 extrae la corriente de proceso 1216 del depósito 1214 y hacia la célula de flujo 1224. El transductor ultrasónico 1226 transmite energía ultrasónica a la corriente de proceso 1216 a medida que la corriente de proceso fluye a través de la célula de flujo 1224. Una segunda bomba 1230 extrae la corriente de proceso 1216 de la célula de flujo 1224 y hacia el procesamiento posterior.

El depósito 1214 incluye la primera entrada 1232 y la segunda entrada 1234 en comunicación de fluido con el volumen 1236. Un transportador (no mostrado) administra la corriente de material celulósico 1210 al depósito 1214 a

través de la primera entrada 1232. La corriente de agua 1212 entra en el depósito 1214 a través de la segunda entrada 1234. En algunas realizaciones, la corriente de agua 1212 entra en el volumen 1236 a lo largo de una tangente que establece un flujo de remolino dentro del volumen 1236. En ciertas realizaciones, la corriente de material celulósico 1210 y la corriente de agua 1212 se introducen en el volumen 1236 a lo largo de ejes opuestos para mejorar la mezcla dentro del volumen.

La válvula 1238 controla el flujo de la corriente de agua 1212 a través de la segunda entrada 1232 para producir una relación deseada de material celulósico con respecto al agua (por ejemplo, aproximadamente un 10 % de material celulósico, peso por volumen). Por ejemplo, se pueden combinar 2000 toneladas/día de material celulósico con 1 millón a 1,5 millones de galones/día, por ejemplo, 1,25 millones de galones/día de agua.

La mezcla de material celulósico y agua en el depósito 1214 se controla por el tamaño del volumen 1236 y los caudales de material celulósico y agua en el volumen. En algunas realizaciones, el volumen 1236 se dimensiona para crear un tiempo de residencia de mezcla mínimo para el material celulósico y el agua. Por ejemplo, cuando 2000 toneladas/día de material celulósico y 1,25 millones de galones/día de agua fluyen a través del depósito 1214, el volumen 1236 puede ser de aproximadamente 32.000 galones para producir un tiempo de residencia de mezcla mínimo de aproximadamente 15 minutos.

El depósito 1214 incluye un mezclador 1240 en comunicación de fluido con el volumen 1236. El mezclador 1240 agita el contenido del volumen 1236 para dispersar el material celulósico a través del agua en el volumen. Por ejemplo, el mezclador 1240 puede ser una paleta giratoria dispuesta en el depósito 1214. En algunas realizaciones, el mezclador 1240 dispersa el material celulósico de manera sustancialmente uniforme en toda el agua.

El depósito 1214 incluye además una salida 1242 en comunicación de fluido con el volumen 1236 y la corriente de proceso 1216. La mezcla de material celulósico y agua en el volumen 1236 fluye fuera del depósito 1214 a través de la salida 1242. La salida 1242 está dispuesta cerca del fondo del depósito 1214 para permitir que la gravedad extraiga la mezcla de material celulósico y agua del depósito 1214 y hacia la corriente de proceso 1216.

La primera bomba 1218 (por ejemplo, cualquiera de varias bombas de vórtice de impulsor encastradas fabricadas por Essco Pumps & Controls, de Los Angeles, CA) mueve el contenido de la corriente de proceso 1216 hacia la célula de flujo 1224. En algunas realizaciones, la primera bomba 1218 agita el contenido de la corriente de proceso 1216 de tal forma que la mezcla de material celulósico y agua es sustancialmente uniforme en la entrada 1220 de la celda de flujo 1224. Por ejemplo, la primera bomba 1218 agita la corriente de proceso 1216 para crear un flujo turbulento que persiste a lo largo de la corriente de proceso entre la primera bomba y la entrada 1220 de la celda de flujo 1224.

La célula de flujo 1224 incluye un volumen de reactor 1244 en comunicación de fluido con entrada 1220 y salida 1222. En algunas realizaciones, el volumen de reactor 1244 es un tubo de acero inoxidable capaz de soportar presiones elevadas (por ejemplo, 10 bares). Además, o como alternativa, el volumen del reactor 1244 define una sección transversal rectangular.

La célula de flujo 1224 incluye además un intercambiador de calor 1246 en comunicación térmica con al menos una porción del volumen de reactor 1244. El fluido de refrigeración 1248 (por ejemplo, agua) fluye al intercambiador de calor 1246 y absorbe el calor generado cuando la corriente de proceso 1216 es sonicada en el reactor volumen 1244. En algunas realizaciones, el caudal y/o la temperatura del fluido refrigerante 1248 en el intercambiador de calor 1246 se controla para mantener una temperatura aproximadamente constante en el volumen del reactor 1244. En algunas realizaciones, la temperatura del volumen del reactor 1244 se mantiene de 20 °C a 50 °C, por ejemplo, 25, 30, 35, 40 o 45 °C. Adicionalmente o como alternativa, el calor transferido al fluido de refrigeración 1248 desde el volumen del reactor 1244 puede usarse en otras partes del proceso global.

Una sección de adaptador 1226 crea una comunicación de fluido entre el volumen de reactor 1244 y el potenciador 1250 acoplado (por ejemplo, acoplado mecánicamente usando una brida) al transductor ultrasónico 1226. Por ejemplo, la sección de adaptador 1226 puede incluir un conjunto de brida y junta tórica dispuesto para crear una conexión estanca entre el volumen de reactor 1244 y el potenciador 1250. En algunas realizaciones, el transductor ultrasónico 1226 es un transductor ultrasónico de alta potencia fabricado por Hielscher Ultrasonics, de Teltow, Alemania.

Durante el funcionamiento, el generador 1252 suministra electricidad al transductor ultrasónico 1252. El transductor ultrasónico 1226 incluye un elemento piezoeléctrico que convierte energía eléctrica en sonido en el intervalo ultrasónico. En algunas realizaciones, los materiales son sonicados usando sonido que tiene una frecuencia de

- aproximadamente 16 kHz a aproximadamente 110 kHz, por ejemplo, de aproximadamente 18 kHz a aproximadamente 75 kHz, o de aproximadamente 20 kHz a aproximadamente 40 kHz (por ejemplo, sonido que tiene una frecuencia de 20 kHz a 40 kHz). La energía ultrasónica es suministrada al medio de trabajo a través del potenciador 1248. La energía ultrasónica que viaja a través del potenciador 1248 en el volumen de reactor 1244 crea una serie de compresiones y rarefacciones en la corriente de proceso 1216 con intensidad suficiente para crear cavitación en la corriente de proceso 1216. La cavitación desagrega el material celulósico disperso en la corriente de proceso 1216. La cavitación también produce radicales libres en el agua de la corriente de proceso 1216. Estos radicales libres actúan para descomponer adicionalmente el material celulósico en la corriente de proceso 1216.
- 10 En general, se aplican de 5 a 4000 MJ/m³, por ejemplo, 10, 25, 50, 100, 250, 500, 750, 1000, 2000 o 3000 MJ/m³, de energía ultrasónica a la corriente de proceso 16 que fluye a una velocidad de aproximadamente 0,2 m³/s (aproximadamente 3200 galones/min). Después de la exposición a la energía ultrasónica en el volumen de reactor 1244, la corriente de proceso 1216 sale de la celda de flujo 1224 a través de la salida 1222. La segunda bomba 1230 mueve la corriente de proceso 1216 al procesamiento posterior (por ejemplo, cualquiera de varias bombas de
- 15 vórtice de impulsor encastradas fabricadas por Essco Pumps & Controls, CA).

Aunque se han descrito ciertas realizaciones, son posibles otras realizaciones.

- Como ejemplo, mientras que la corriente de proceso 1216 se ha descrito como una única trayectoria de flujo, son posibles otras disposiciones. En algunas realizaciones, por ejemplo, la corriente de proceso 1216 incluye múltiples trayectorias de flujo paralelas (por ejemplo, fluyendo a una velocidad de 10 galones/min). Además, o en la alternativa, las múltiples trayectorias de flujo paralelas de la corriente de proceso 1216 fluyen en células de flujo separadas y se sonicán en paralelo (por ejemplo, usando una pluralidad de transductores de ultrasonidos de 16 kW).
- 20
- 25 Como otro ejemplo, aunque se ha descrito que un único transductor ultrasónico 1226 como acoplado a la célula de flujo 1224, son posibles otras disposiciones. En algunas realizaciones, una pluralidad de transductores ultrasónicos 1226 se disponen en la célula de flujo 1224 (por ejemplo, se pueden disponer 10 transductores ultrasónicos en la célula de flujo 1224). En algunas realizaciones, las ondas sonoras generadas por cada una de la pluralidad de transductores ultrasónicos 1226 se temporizan (por ejemplo, se sincronizan fuera de fase entre sí) para mejorar la
- 30 cavitación que actúa sobre la corriente de proceso 1216.

Como otro ejemplo, aunque se ha descrito una única célula de flujo 1224, son posibles otras disposiciones. En algunas realizaciones, la segunda bomba 1230 mueve la corriente del proceso a una segunda célula de flujo, donde un segundo potenciador y un transductor ultrasónico hacen sonicar adicionalmente la corriente de proceso 1216.

- 35 Como aún otro ejemplo, mientras que el volumen de reactor 1244 se ha descrito como un volumen cerrado, el volumen de reactor 1244 está abierto a condiciones ambientales en ciertas realizaciones. En tales realizaciones, el pretratamiento de sonicación puede realizarse sustancialmente simultáneamente con otras técnicas de pretratamiento. Por ejemplo, se puede aplicar energía ultrasónica a la corriente de proceso 1216 en el volumen de reactor 1244, mientras que los haces de electrones se introducen simultáneamente en la corriente de proceso 1216.
- 40

Como otro ejemplo, aunque se ha descrito un proceso de flujo continuo, son posibles otras disposiciones. En algunas realizaciones, la sonicación se puede realizar en un proceso discontinuo. Por ejemplo, se puede llenar un volumen con una mezcla al 10 % (peso por volumen) de material celulósico en agua y se expone al sonido con una intensidad de aproximadamente 50 W/cm² a aproximadamente 600 W/cm², por ejemplo, de aproximadamente 75 W/cm² a aproximadamente 300 W/cm² o de aproximadamente 95 W/cm² a aproximadamente 200 W/cm². Adicionalmente o como alternativa, la mezcla en el volumen puede sonicarse durante aproximadamente 1 hora a aproximadamente 24 horas, por ejemplo, durante aproximadamente 1,5 horas a aproximadamente 12 horas o durante aproximadamente 2 horas a aproximadamente 10 horas. En ciertas realizaciones, el material es sonicado durante un tiempo predeterminado, y luego se deja reposar durante un segundo tiempo predeterminado antes de sonicarse de nuevo.

45

50

Con referencia ahora a la FIG. 8, en algunas realizaciones, dos transductores electroacústicos están mecánicamente acoplados a un único resonador. Como se muestra, un par de transductores piezoeléctricos 60 y 62 se acopla a un resonador de barra ranurada 64 por los respectivos resonadores de acoplamiento intermedios 70 y 72, siendo estos últimos también conocidos como resonadores de refuerzo. Las vibraciones mecánicas proporcionadas por los transductores, que responden a la energía eléctrica de alta frecuencia aplicada a los mismos, se transmiten a los respectivos resonadores de acoplamiento, que pueden construirse para proporcionar una ganancia mecánica, tal como una relación de 1 a 1,2. Los resonadores están dotados de una respectiva brida de montaje 74 y 76 para soportar el conjunto de transductor y resonador en un alojamiento estacionario.

55

60

Las vibraciones transmitidas desde los transductores a través de los resonadores de acoplamiento o de refuerzo se acoplan a la superficie de entrada 78 del resonador y se transmiten a través del resonador a la superficie de salida dispuesta de forma opuesta 80, que, durante el funcionamiento, está en acoplamiento forzado con una pieza de trabajo (no mostrada) a la que se aplican las vibraciones.

La energía eléctrica de alta frecuencia proporcionada por la fuente de alimentación 82 se alimenta a cada uno de los transductores, conectados eléctricamente en paralelo, a través de un transformador de equilibrado 84 y un condensador conectado en serie respectivo 86 y 90, un condensador conectado en serie con la conexión eléctrica a cada uno de los transductores. El transformador de equilibrado se conoce también como "balun" que significa "unidad de equilibrado". El transformador de equilibrado incluye un núcleo magnético 92 y un par de bobinados idénticos 94 y 96, también denominados bobinado primario y secundario, respectivamente.

En algunas realizaciones, los transductores incluyen transductores piezoeléctricos disponibles comercialmente, tales como los modelos 105 o 502 de Branson Ultrasonics Corporation, cada uno diseñado para funcionar a 20 kHz y una potencia máxima de 3 kW. La tensión de energización para proporcionar la máxima excursión de movimiento en la superficie de salida del transductor es de 930 voltios rms. El flujo de corriente a través de un transductor puede variar entre cero y 3,5 amperios dependiendo de la impedancia de carga. A 930 voltios rms el movimiento de salida es de aproximadamente 20 micrómetros. La diferencia máxima en tensión terminal para la misma amplitud de movimiento, por lo tanto, puede ser de 186 voltios. Tal diferencia de tensión puede dar lugar a corrientes de circulación grandes que fluyen entre los transductores. La unidad de equilibrado 430 asegura una condición equilibrada proporcionando un flujo de corriente igual a través de los transductores, eliminando así la posibilidad de corrientes de circulación. El tamaño del alambre de los bobinados debe seleccionarse para la corriente de carga total indicada anteriormente y la tensión máxima que aparece a través de una entrada de bobinado es de 93 voltios.

Como alternativa para el uso de energía ultrasónica, se pueden utilizar dispositivos de rotor-estator de alta frecuencia. Este tipo de dispositivo produce fuerzas de microcavitación de alta cizalladura que pueden desintegrar materiales en contacto con tales fuerzas. Dos dispositivos de dispersión de rotor-estator de alta frecuencia comercialmente disponibles son los dispositivos Suprator™ fabricados por Krupp Industrietechnik GmbH y comercializados por Dorr-Oliver Deutschland GmbH de Connecticut y los dispositivos Dispax™ fabricados y comercializados por Ika-Works, Inc. de Cincinnati, Ohio. La operación de tal dispositivo de microcavitación se analiza en Stuart, Patente de Estados Unidos N.º 5.370.999.

Aunque se ha descrito que el transductor ultrasónico 1226 incluye uno o más elementos activos piezoeléctricos para crear energía ultrasónica, son posibles otras disposiciones. En algunas realizaciones, el transductor ultrasónico 1226 incluye elementos activos hechos de otros tipos de materiales magnetostrictivos (por ejemplo, metales ferrosos). El diseño y el funcionamiento de tal transductor ultrasónico de alta potencia se analiza en Hansen et al., Patente de Estados Unidos N.º 6.624.539. En algunas realizaciones, la energía ultrasónica se transfiere a la corriente de proceso 16 a través de un sistema electrohidráulico.

Aunque se ha descrito que el transductor ultrasónico 1226 utiliza la respuesta electromagnética de materiales magnetorrestrictivos para producir energía ultrasónica, son posibles otras disposiciones. En algunas realizaciones, la energía acústica en forma de una intensa onda de choque puede aplicarse directamente a la corriente de proceso 16 usando una chispa subacuática. En algunas realizaciones, la energía ultrasónica se transfiere a la corriente de proceso 16 a través de un sistema termohidráulico. Por ejemplo, se pueden producir ondas acústicas de alta densidad de energía aplicando potencia a través de un volumen cerrado de electrolito, calentando de este modo el volumen cerrado y produciendo un aumento de presión que se transmite posteriormente a través de un medio de propagación de sonido (por ejemplo, flujo de proceso 1216). El diseño y el funcionamiento de un transductor termohidráulico de este tipo se analiza en Hartmann et al., Patente de Estados Unidos 6.383.152.

En algunas realizaciones, puede ser ventajoso combinar dispositivos de irradiación y sonicación en una única máquina híbrida. Para tal máquina híbrida, se pueden realizar múltiples procesos en estrecha yuxtaposición o incluso simultáneamente, con el beneficio de aumentar el rendimiento del pretratamiento y ahorrar costes potenciales.

Por ejemplo, considerar los procesos de irradiación con haz de electrones y sonicación. Cada proceso separado es eficaz para reducir el peso molecular promedio del material celulósico en un orden de magnitud o más, y en varios órdenes de magnitud al realizarse en serie.

Ambos procesos de irradiación y sonicación pueden aplicarse usando un dispositivo híbrido de haz de

electrones/sonicación como se ilustra en la FIG. 8. El dispositivo híbrido de haz de electrones/sonicación 2500 se representa por encima de una agrupación poco profunda (profundidad ~3-5 cm) de una suspensión de material celulósico 2550 dispersado en un medio acuoso oxidante, tal como peróxido de hidrógeno o peróxido de carbamida. El dispositivo híbrido 2500 tiene una fuente de energía 2510, que alimenta tanto el emisor de haz de electrones 2540 como los resonadores de sonicación 2530.

El emisor de haz de electrones 2540 genera haces de electrones que pasan a través de un dispositivo de orientación de haz de electrones 2545 para impactar la suspensión 2550 que contiene material celulósico. El dispositivo de orientación de haz de electrones puede ser un escáner que barre un haz en un intervalo de hasta aproximadamente 6 pies en una dirección aproximadamente paralela a la superficie de la suspensión 2550.

En cualquier lado del emisor de haz de electrones 2540 están los resonadores de sonicación 2530, que suministran energía de ondas ultrasónicas a la suspensión 2550. Los resonadores de sonicación 2530 terminan en una pieza final desmontable 2535 que está en contacto con la suspensión 2550.

Los resonadores de sonicación 2530 están en riesgo de daños por exposición residual a largo plazo a la radiación de haz de electrones. Por lo tanto, los resonadores pueden protegerse con un blindaje estándar 2520, por ejemplo, hecho de plomo o una aleación que contiene metal pesado, tal como metal Lipowitz, que es impermeable a la radiación de haz de electrones. Sin embargo, se deben tomar precauciones para asegurar que la energía ultrasónica no se vea afectada por la presencia del blindaje. Las piezas finales desmontables 2535, están construidas del mismo material y unidas a los resonadores 2530, se usan para estar en contacto con el material celulósico 2550 y se espera que se dañen. Por consiguiente, las piezas finales desmontables 2535 están construidas para ser fácilmente reemplazables.

Un beneficio adicional de tal proceso simultáneo de haz de electrones y ultrasonido es que los dos procesos tienen resultados complementarios. Con la irradiación de haz de electrones solo, una dosis insuficiente puede dar lugar a la reticulación de algunos de los polímeros en el material celulósico, lo que disminuye la eficacia del proceso de despolimerización global. Pueden utilizarse también dosis más bajas de radiación de haz de electrones y/o radiación de ultrasonidos para conseguir un grado similar de despolimerización como el obtenido usando irradiación con haz de electrones y sonicación por separado.

Un dispositivo de haz de electrones también se puede combinar con uno o más dispositivos de rotor-estator de alta frecuencia, que pueden usarse como una alternativa a dispositivos de energía ultrasónica, y desempeña una función similar.

También son posibles otras combinaciones de dispositivos. Por ejemplo, un dispositivo de radiación ionizante que produce radiación gamma emitida a partir, por ejemplo, gránulos de ^{60}Co , se puede combinar con una fuente de haz de electrones y/o una fuente de onda ultrasónica. Los requisitos de blindaje pueden ser más estrictos en este caso.

40 Generación de iones

Se pueden usar diversos procedimientos para la generación de iones adecuados para haces de iones que pueden usarse en el tratamiento de los materiales celulósicos o lignocelulósicos. Después de que los iones se han generado, se aceleran típicamente en uno o más de diversos tipos de aceleradores, y luego se dirigen a incidir sobre los materiales celulósicos o lignocelulósicos.

(i) Iones de hidrógeno

Los iones de hidrógeno se pueden generar usando una diversidad de diferentes procedimientos en una fuente de iones. Típicamente, los iones de hidrógeno se introducen en una cámara de ionización de una fuente de iones, y los iones se producen suministrando energía a las moléculas de gas. Durante el funcionamiento, dichas cámaras pueden producir corrientes de iones grandes adecuadas para sembrar un acelerador de iones aguas abajo.

En algunas realizaciones, los iones de hidrógeno se producen a través de ionización de campo de gas hidrógeno. Un diagrama esquemático de una fuente de ionización de campo se muestra en la FIG. 10. La fuente de ionización de campo 1100 incluye una cámara 1170 en la que tiene lugar la ionización de moléculas de gas (por ejemplo, moléculas de gas hidrógeno). Las moléculas de gas 1150 entran en la cámara 1170 fluyendo a lo largo de la dirección 1155 en el tubo de suministro 1120. La fuente de ionización de campo 1100 incluye un electrodo de ionización 1110. Durante el funcionamiento, se aplica un potencial grande V_E (relativo a un potencial de tierra del sistema común) al electrodo 1110. Las moléculas 1150 que circulan dentro de una región adyacente al electrodo

1110 se ionizan por el campo eléctrico que es resultado del potencial V_E . También durante la operación, se aplica un potencial de extracción V_X a los extractores 1130. Los iones recién formados migran hacia los extractores 1130 bajo la influencia de los campos eléctricos de los potenciales V_E y V_X . En efecto, los iones recién formados experimentan fuerzas repulsivas con relación al electrodo de ionización 1110, y fuerzas de atracción relativas a los extractores 5 1130. Como resultado, algunos de los iones recién formados entran en el tubo de descarga 1140 y se propagan a lo largo de la dirección 1165 bajo la influencia de potenciales V_E y V_X .

Dependiendo del signo del potencial V_E (con respecto al potencial de tierra común), se pueden formar tanto iones cargados positivamente como negativamente. Por ejemplo, en algunas realizaciones, se puede aplicar un potencial 10 positivo al electrodo 1110 y se puede aplicar un potencial negativo a los extractores 1130. Los iones de hidrógeno cargados positivamente (por ejemplo, protones H^+) que se generan en la cámara 1170 se repelen del electrodo 1110 y hacia los extractores 1130. Como resultado, la corriente de partículas descargada 1160 incluye iones de hidrógeno cargados positivamente que son transportados a un sistema inyector.

15 En ciertas realizaciones, se puede aplicar un potencial negativo al electrodo 1110 y se puede aplicar un potencial positivo a los extractores 1130. Los iones de hidrógeno cargados negativamente (por ejemplo, iones hidruro H^-) que se generan en la cámara 1170 se repelen lejos del electrodo 1110 y hacia los extractores 1130. La corriente de partículas descargada 1160 incluye iones hidrógeno cargados negativamente, los cuales luego se transportan a un sistema inyector.

20 En algunas realizaciones, tanto los iones de hidrógeno positivos como negativos pueden producirse a través de calentamiento térmico directo de hidrógeno gaseoso. Por ejemplo, el gas hidrógeno se puede dirigir a entrar en una cámara de calentamiento que se evacua para eliminar oxígeno residual y otros gases. El gas hidrógeno se puede entonces calentar mediante un elemento calefactor para producir especies iónicas. Los elementos calefactores 25 adecuados incluyen, por ejemplo, electrodos de descarga de arco, filamentos de calentamiento, serpentines de calentamiento y una diversidad de otros elementos de transferencia térmica.

En ciertas realizaciones, cuando se producen iones de hidrógeno a través de emisión de campo o calentamiento térmico, pueden producirse diversas especies de iones de hidrógeno, incluyendo especies de iones cargadas tanto 30 positivamente como negativamente, y especies de iones cargados de forma individual y múltiple. Las diversas especies de iones pueden separarse entre sí a través de uno o más separadores electrostáticos y/o magnéticos. La FIG. 11 muestra un diagrama esquemático de un separador electrostático 1175 que está configurado para separar una pluralidad de especies de iones de hidrógeno entre sí. El separador electrostático 1175 incluye un par de electrodos paralelos 1180 a los que se aplica un potencial V_S mediante una fuente de tensión (no mostrada). El flujo 35 de partículas 1160, que se propaga en la dirección indicada por la flecha, incluye una diversidad de especies de iones cargados positivamente y negativamente, y de carga individual y múltiple. A medida que las diversas especies de iones pasan a través de los electrodos 1180, el campo eléctrico entre los electrodos desvía las trayectorias de iones de acuerdo con la magnitud y el signo de las especies de iones. En la FIG. 11, por ejemplo, el campo eléctrico apunta desde el electrodo inferior hacia el electrodo superior en la región entre los electrodos 1180. Como resultado, 40 los iones cargados positivamente se desvían a lo largo de una trayectoria ascendente en la FIG. 11, y los iones cargados negativamente se desvían a lo largo de una trayectoria descendente. Los haces de iones 1162 y 1164 corresponden a especies de iones cargados positivamente, teniendo la especie iónica en el haz iónico 1162 una carga positiva mayor que la especie iónica es el haz 1164 (por ejemplo, debido a la mayor carga positiva de los iones en el haz 1162, el haz es desviado en mayor medida).

45 De forma similar, los haces de iones 1166 y 1168 corresponden cada uno a especies de iones cargados negativamente, teniendo las especies de iones en el haz de iones 1168 una carga negativa mayor que las especies de iones en el haz de iones 1166 (y siendo así desviadas en mayor medida por el campo eléctrico entre los electrodos 1180). El haz 1169 incluye partículas neutras originalmente presentes en la corriente de partículas 1160; 50 las partículas neutras son se ven afectadas en gran parte por el campo eléctrico entre los electrodos 1180, y por lo tanto pasan indefinidas a través de los electrodos. Cada una de las corrientes de partículas separadas entra en uno de los tubos de suministro 1192, 1194, 1196, 1198 y 1199, y puede suministrarse a un sistema inyector para una aceleración posterior de las partículas, o dirigirse para incidir directamente sobre el material celulósico o lignocelulósico. Como alternativa, o, además, puede bloquearse cualquiera o todas las corrientes de partículas 55 separadas para evitar que las especies iónicas y/o atómicas alcancen material celulósico o lignocelulósico. Como otra alternativa más, ciertas corrientes de partículas pueden combinarse y luego dirigirse a un sistema inyector y/o dirigirse para incidir directamente sobre el material celulósico o lignocelulósico usando técnicas conocidas.

En general, los separadores de haz de partículas también pueden utilizar campos magnéticos además de, o en lugar 60 de, campos eléctricos para desviar partículas cargadas. En algunas realizaciones, los separadores de haz de

partículas incluyen múltiples pares de electrodos, donde cada par de electrodos genera un campo eléctrico que desvía las partículas que pasan a través del mismo. Como alternativa, o, además, los separadores de haz de partículas pueden incluir uno o más deflectores magnéticos que están configurados para desviar partículas cargadas de acuerdo con la magnitud y el signo de las cargas de partículas.

5

(ii) Iones de gas noble

Los átomos de gas noble (por ejemplo, átomos de helio, átomos de neón, átomos de argón) forman iones cargados positivamente cuando actúan sobre campos eléctricos relativamente fuertes. Por lo tanto, los procedimientos para generar iones de gas noble típicamente incluyen la generación de un campo eléctrico de alta intensidad, e introducir entonces átomos de gas nobles en la región de campo para causar ionización de campo de los átomos de gas. Un diagrama esquemático de un generador de ionización de campo para iones de gas noble (y también para otros tipos de iones) se muestra en la FIG. 12. El generador de ionización de campo 1200 incluye un electrodo cónico 1220 situado dentro de una cámara 1210. Una bomba de vacío 1250 está en comunicación de fluido con el interior de la cámara 1210 a través de la entrada 1240 y reduce la presión de los gases de fondo dentro de la cámara 1210 durante el funcionamiento. Uno o más átomos de gas noble 1280 son admitidos en la cámara 1210 a través del tubo de entrada 1230.

Durante el funcionamiento, se aplica un potencial positivo relativamente alto V_T (por ejemplo, positivo con respecto a una tierra externa común) al electrodo cónico 1220. Los átomos de gas noble 1280 que entran en una región de espacio que rodea la punta del electrodo 1220 son ionizados por el campo eléctrico fuerte que se extiende desde la punta; los átomos de gas pierden un electrón de la punta, y forman iones de gas noble cargados positivamente.

Los iones de gas noble cargados positivamente se aceleran lejos de la punta, y una cierta fracción de los iones de gas 1290 pasan a través del extractor 1260 y salen de la cámara 1210, a una columna óptica iónica que incluye la lente 1270, que además desvía y/o enfoca los iones.

El electrodo 1220 está ahusado para aumentar la magnitud del campo eléctrico local en la región próxima al vértice de la punta. Dependiendo de la agudeza del ahusamiento y de la magnitud del potencial V_T , la región del espacio en la cámara 1210 dentro de la cual tiene lugar la ionización de átomos de gas noble puede controlarse relativamente bien. Como resultado, se puede obtener un haz relativamente bien colimado de iones de gas noble 1290 después del extractor 1260.

Como se analizó anteriormente en relación con iones hidrógeno, el haz resultante de iones de gas noble 1290 puede ser transportado a través de una columna óptica de partícula cargada que incluye diversos elementos ópticos de partícula para desviar y/o enfocar el haz de iones de gas noble. El haz de iones de gas noble también puede pasar a través de un separador electrostático y/o magnético, como se ha analizado anteriormente en relación con la FIG. 11.

Los iones de gas noble que se pueden producir en el generador de ionización de campo 1200 incluyen iones de helio, iones de neón, iones de argón y iones de kriptón. Además, el generador de ionización de campo 1200 puede usarse para generar iones de otras especies químicas gaseosas, incluyendo hidrógeno, nitrógeno y oxígeno.

Los iones de gas noble pueden tener ventajas particulares con respecto a otras especies de iones cuando se trata material celulósico o lignocelulósico. Por ejemplo, si bien los iones de gas noble pueden reaccionar con materiales celulósicos o lignocelulósicos, los iones de gas noble no neutralizados (por ejemplo, átomos de gas noble) que se producen a partir de tales reacciones son generalmente inertes, y no reaccionan adicionalmente con el material celulósico o lignocelulósico. Además, los átomos de gas noble neutros no permanecen incrustados en el material celulósico o lignocelulósico, sino que difunden fuera del material. Los gases nobles son no tóxicos y pueden utilizarse en grandes cantidades sin consecuencias adversas para la salud humana o el medio ambiente.

50

(iii) Carbono, oxígeno y nitrógeno

Típicamente pueden producirse iones de carbono, oxígeno y nitrógeno por ionización de campo en un sistema tal como la fuente de ionización de campo 1100 o el generador de ionización de campo 1200. Por ejemplo, las moléculas de gas oxígeno y/o los átomos de oxígeno (por ejemplo, producidos por calentamiento de gas oxígeno) se puede introducir en una cámara, donde las moléculas de oxígeno y/o átomos son ionizados en el campo para producir iones de oxígeno. Dependiendo del signo del potencial aplicado al electrodo de ionización de campo, se pueden producir iones de oxígeno cargados positivamente y/o negativamente. Las especies de iones deseadas pueden seleccionarse preferiblemente entre diversas especies de iones y átomos y moléculas neutros mediante un selector de partículas electrostáticas y/o magnéticas, como se muestra en la FIG. 11.

60

Como otro ejemplo, se pueden introducir moléculas de gas nitrógeno en la cámara de la fuente de ionización de campo 1100 o generador de ionización de campo 1200, y se ionizan para formar iones de nitrógeno cargados positivamente y/o negativamente por el campo eléctrico relativamente fuerte dentro de la cámara. Las especies iónicas deseadas pueden separarse luego de otras especies iónicas y neutras a través de un separador electrostático y/o magnético, como se muestra en la FIG. 11.

Para formar iones de carbono, se pueden suministrar átomos de carbono a la cámara de la fuente de ionización de campo 1100 o del generador de ionización de campo 1200, en los que los átomos de carbono pueden ionizarse para formar iones de carbono cargados positivamente y/o negativamente. Las especies iónicas deseadas pueden separarse luego de otras especies iónicas y neutras a través de un separador electrostático y/o magnético, como se muestra en la FIG. 11. Los átomos de carbono que se suministran a la cámara de la fuente de ionización de campo 1100 o del generador de ionización de campo 1200 pueden producirse calentando un objetivo a base de carbono (por ejemplo, un objetivo de grafito) para causar la emisión térmica de átomos de carbono del objetivo. El objetivo puede colocarse en una proximidad relativamente cercana a la cámara, de manera que los átomos de carbono emitidos entran en la cámara directamente después de la emisión.

(iv) Iones más pesados

Los iones de átomos más pesados tales como sodio y hierro se pueden producir a través de una serie de procedimientos. Por ejemplo, en algunas realizaciones, los iones pesados tales como los iones sodio y/o hierro se producen a través de emisión termiónica de un material objetivo que incluye sodio y/o hierro, respectivamente. Los materiales diana adecuados incluyen materiales tales como silicatos de sodio y/o silicatos de hierro. Los materiales diana incluyen típicamente otros materiales inertes tales como beta-alúmina. Algunos materiales diana son materiales de zeolita, e incluyen canales formados en los mismos para permitir el escape de iones del material objetivo.

La FIG. 13 muestra una fuente de emisión termiónica 1300 que incluye un elemento de calentamiento 1310 que contacta con un material objetivo 1330, los cuales están posicionados dentro de una cámara evacuada 1305. El elemento de calentamiento 1310 se controla por el controlador 1320, que regula la temperatura del elemento de calentamiento 1310 para controlar la corriente de iones generada a partir del material objetivo 1330. Cuando se suministra suficiente calor al material objetivo 1330, la emisión termiónica del material objetivo genera una corriente de iones 1340. Los iones 1340 pueden incluir iones cargados positivamente de materiales tales como sodio, hierro y otras especies atómicas relativamente pesadas (por ejemplo, otros iones metálicos). Los iones 1340 pueden entonces colimarse, enfocarse y/o de otra manera desviarse por electrodos electrostáticos y/o magnéticos 1350, que también pueden suministrar iones 1340 a un inyector.

La emisión termiónica para formar iones de especies atómicas relativamente pesadas también se analiza, por ejemplo, en la Patente de Estados Unidos N.º 4.928.033, titulada "Thermionic Ionization Source".

En ciertas realizaciones, pueden producirse iones relativamente pesados tales como iones de sodio y/o iones de hierro por descarga de microondas. La FIG. 14 muestra un diagrama esquemático de una fuente de descarga de microondas 1400 que produce iones de átomos relativamente pesados tales como sodio y hierro. La fuente de descarga 1400 incluye un generador de campo de microondas 1410, un tubo de guía de ondas 1420, un concentrador de campo 1430 y una cámara de ionización 1490. Durante el funcionamiento, el generador de campo 1410 produce un campo de microondas que se propaga a través de la guía de ondas 1420 y el concentrador 1430; el concentrador 1430 aumenta la intensidad de campo limitando espacialmente el campo, como se muestra en la FIG. 14. El campo de microondas entra en la cámara de ionización 1490. En una primera región dentro de la cámara 1490, un solenoide 1470 produce un fuerte campo magnético 1480 en una región de espacio que también incluye el campo de microondas. La fuente 1440 entrega los átomos 1450 a esta región del espacio. El campo de microondas concentrado ioniza los átomos 1450, y el campo magnético 1480 generado por el solenoide 1470 confina los átomos ionizados para formar un plasma localizado. Una porción del plasma sale de la cámara 1490 como iones 1460. Los iones 1460 pueden entonces desviarse y/o enfocarse por uno o más elementos electrostáticos y/o magnéticos, y suministrarse a un inyector.

Los átomos 1450 de materiales tales como sodio y/o hierro pueden generarse por emisión térmica de un material objetivo, por ejemplo. Los materiales objetivo adecuados incluyen materiales tales como silicatos y otras sales estables, incluyendo materiales a base de zeolita. Los materiales objetivo adecuados también pueden incluir metales (por ejemplo, hierro), que pueden recubrirse con un material base inerte tal como un material de vidrio.

Las fuentes de descarga de microondas también se analizan, por ejemplo, en las siguientes Patentes de Estados Unidos: Patente de Estados Unidos N.º 4,409,520, titulada "Microwave Discharge Ion Source", y la Patente de Estados Unidos N.º 6.396.211, titulada "Microwave Discharge Type Electrostatic Accelerator Having Upstream and Downstream Acceleration Electrodes".

Fuentes de haz de partículas

Las fuentes de haz de partículas que generan haces para su uso en la irradiación de material celulósico o lignocelulósico incluyen típicamente tres grupos de componentes: un inyector, que genera o recibe iones e introduce los iones en un acelerador; un acelerador, que recibe los iones del inyector y aumenta la energía cinética de los iones; y elementos de acoplamiento de salida, que manipulan el haz de iones acelerados.

(i) Inyectores

Los inyectores pueden incluir, por ejemplo, cualquiera de las fuentes de iones analizadas en las secciones anteriores, que suministran una corriente de iones para una aceleración posterior. Los inyectores pueden incluir también diversos tipos de elementos ópticos de partículas electrostáticas y/o magnéticas, incluyendo lentes, deflectores, colimadores, filtros y otros elementos de este tipo. Estos elementos pueden utilizarse para acondicionar el haz de iones antes de entrar en el acelerador; es decir, estos elementos pueden usarse para controlar las características de propagación de los iones que entran en el acelerador. Los inyectores pueden incluir también elementos electrostáticos y/o magnéticos de aceleración previa que aceleran las partículas cargadas hasta un umbral de energía seleccionado antes de entrar en el acelerador. Un ejemplo de un inyector se muestra en Iwata, Y. et al.

(ii) Aceleradores

Un tipo de acelerador que se puede usar para acelerar los iones producidos usando las fuentes analizadas anteriormente es un Dynamitron[®] (disponible, por ejemplo, en Radiation Dynamics Inc., ahora una unidad de IBA, Louvain-la-Neuve, Bélgica). Un diagrama esquemático de un acelerador Dynamitron[®] 1500 se muestra en la FIG. 6 y se ha analizado anteriormente.

Otro tipo de acelerador que se puede utilizar para acelerar iones para el tratamiento de material celulósico o lignocelulósico es un acelerador Rhodotron[®] (disponible, por ejemplo, en IBA, Louvain-la-Neuve, Bélgica). En general, los aceleradores de tipo Rhodotron incluyen una única cavidad de recirculación a través de la cual los iones que se están acelerando hacen múltiples pases. Como resultado, los aceleradores Rhodotron[®] pueden operarse de modo continuo con corrientes iónicas continuas relativamente altas.

La FIG. 15 muestra un diagrama esquemático de un acelerador Rhodotron[®] 1700. El acelerador 1700 incluye un inyector 1710 que introduce iones acelerados en la cavidad de recirculación 1720. Una fuente de campo eléctrico 1730 está situada dentro de una cámara interna 1740 de la cavidad 1720, y genera un campo eléctrico radial oscilante. La frecuencia de oscilación del campo radial se selecciona para que coincida con el tiempo de tránsito de los iones inyectados a través de un pase de la cavidad de recirculación 1720. Por ejemplo, un ion cargado positivamente se inyecta en la cavidad 1720 por el inyector 1710 cuando el campo eléctrico radial en la cavidad tiene una amplitud nula. A medida que el ion se propaga hacia la cámara 1740, la amplitud del campo radial en la cámara 1740 aumenta hasta un valor máximo, y luego disminuye de nuevo. El campo radial apunta hacia dentro hacia la cámara 1740, y el ion se acelera por el campo radial. El ion pasa a través de un orificio en la pared de la cámara interior 1740, atraviesa el centro geométrico de la cavidad 1720, y pasa a través de otro orificio en la pared de la cámara interior 1740. Cuando el ion se coloca en la entrada de la cavidad 1720, la amplitud de campo eléctrico dentro de la cavidad 1720 se ha reducido a cero (o casi cero). A medida que el ion emerge de la cámara interior 1740, la amplitud del campo eléctrico en la cavidad 1720 comienza a aumentar de nuevo, pero el campo ahora está orientado radialmente hacia fuera. La magnitud del campo durante la segunda mitad del pase del ión a través de la cavidad 1720 alcanza de nuevo un máximo y luego comienza a disminuir. Como resultado, el ion positivo se acelera de nuevo por el campo eléctrico cuando el ion completa la segunda mitad de una primera cavidad pasante 1720.

Tras alcanzar la pared de la cavidad 1720, la magnitud del campo eléctrico en la cavidad 1720 es cero (o casi cero) y el ion pasa a través de una apertura en la pared y encuentra uno de los imanes de deflexión del haz 1750. Los iones de deflexión de haz invierten esencialmente la trayectoria del ion, como se muestra en la Fig. 15, dirigiendo el ion para volver a entrar en la cavidad 1720 a través de otra apertura en la pared de la cámara. Cuando el ion vuelve a entrar en la cavidad 1720, el campo eléctrico en el mismo comienza a aumentar de nuevo en amplitud, pero ahora

está orientado de nuevo radialmente hacia dentro. El segundo pase y posteriores de la cavidad pasante de iones 1720 siguen un patrón similar, de manera que la orientación del campo eléctrico siempre coincide con la dirección del movimiento del ion, y el ion se acelera en cada pase (y cada medio pase) a través de cavidad 1720.

5 Como se muestra en la FIG. 15, después de seis pases a través de la cavidad 1720, el ión acelerado se acopla fuera de la cavidad 1720 como una porción del haz de iones acelerado 1760. El haz de iones acelerado pasa a través de uno o más elementos ópticos de partículas electrostáticas y/o magnéticas 1770 que pueden incluir lentes, colimadores, deflectores de haz, filtros y otros elementos ópticos. Por ejemplo, bajo el control de una unidad lógica externa, los elementos 1770 pueden incluir un deflector electrostático y/o magnético que barre el haz acelerado 1760
10 a través de una región plana bidimensional orientada perpendicularmente a la dirección de propagación del haz 1760.

Los iones que se inyectan en la cavidad 1720 se aceleran en cada pase a través de la cavidad 1720. En general, por lo tanto, para obtener haces acelerados que tienen diferentes energías de iones promedio, el acelerador 1700 puede
15 incluir más de un acoplamiento de salida. Por ejemplo, en algunas realizaciones, uno o más de los imanes de desviación 1750 pueden modificarse para permitir que una parte de los iones que alcanzan los imanes sean acoplados fuera del acelerador 1700, y una porción de los iones que se devuelvan a la cámara 1720. Por lo tanto, los múltiples haces de salida acelerados se pueden obtener del acelerador 1700, correspondiendo cada haz a una energía de iones promedio que está relacionada con el número de pases a través de la cavidad 1720 para los iones
20 en el haz.

El acelerador 1700 incluye 5 imanes de deflexión 1750, y los iones inyectados en la cavidad 1720 hacen 6 pases a través de la cavidad. En general, sin embargo, el acelerador 1700 puede incluir cualquier número de imanes de deflexión, y los iones inyectados en la cavidad 1720 pueden hacer cualquier número correspondiente de pases a
25 través de la cavidad. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el acelerador 1700 puede incluir al menos 6 imanes de deflexión y los iones pueden hacer al menos 7 pases a través de la cavidad (por ejemplo, al menos 7 imanes de deflexión y 8 pases a través de la cavidad, al menos 8 imanes de deflexión y 9 pases a través de la cavidad, al menos 9 imanes de deflexión y 10 pases a través de la cavidad, al menos 10 imanes de deflexión y 11 pases a través de la cavidad).

30 Típicamente, el campo eléctrico generado por la fuente de campo 1730 proporciona una ganancia de pase de cavidad única de aproximadamente 1 MeV a un ion inyectado. En general, sin embargo, son posibles mayores ganancias de pase único proporcionando un campo eléctrico de mayor amplitud dentro de la cavidad 1720. En algunas realizaciones, por ejemplo, la ganancia de pase de cavidad individual es de aproximadamente 1,2 MeV o más (por ejemplo, 1,3 MeV o más, 1,4 MeV o más, 1,5 MeV o más, 1,6 MeV o más, 1,8 MeV o más, 2,0 MeV o más, 2,5 MeV o más).

La ganancia de pase de una cavidad individual depende también de la magnitud de la carga transportada por el ion inyectado. Por ejemplo, los iones que soportan cargas múltiples experimentarán una ganancia de cavidad de pase
40 único más alta que los iones que soportan cargas únicas, para el mismo campo eléctrico dentro de la cavidad. Como resultado, la ganancia de cavidad de pase único del acelerador 1700 puede aumentarse adicionalmente inyectando iones que tienen cargas múltiples.

En la descripción anterior del acelerador 1700, se inyectó un ion cargado positivamente en la cavidad 1720. El
45 acelerador 1700 también puede acelerar los iones cargados negativamente. Para ello, se inyectan los iones cargados negativamente de manera que la dirección de sus trayectorias esté desfasada con la dirección del campo eléctrico radial. Es decir, los iones cargados negativamente se inyectan de manera que en cada cavidad pasante de semi-pase 1720, la dirección de la trayectoria de cada ion es opuesta a la dirección del campo eléctrico radial. La consecución de esto implica simplemente ajustar el tiempo al que se inyectan iones cargados negativamente en la
50 cavidad 1720. Por consiguiente, el acelerador 1700 es capaz de acelerar simultáneamente iones que tienen la misma masa aproximada, pero cargas opuestas. Más en general, el acelerador 1700 es capaz de acelerar simultáneamente diferentes tipos de iones tanto cargados positivamente como negativamente (y ambos cargados de forma individual y múltiple), con la condición de que los tiempos de tránsito de los iones a través de la cavidad 1720 sean relativamente similares. En algunas realizaciones, el acelerador 1700 puede incluir múltiples acoplamientos de
55 salida, proporcionando diferentes tipos de haces de iones acelerados que tienen energías similares o diferentes.

Otros tipos de aceleradores también se pueden usar para acelerar iones para irradiación de material celulósico o lignocelulósico. Por ejemplo, en algunas realizaciones, los iones pueden acelerarse a energías medias relativamente altas en aceleradores a base de ciclotrón y/o sincrotrón. La construcción y el funcionamiento de tales aceleradores
60 se conoce bien en la técnica. Como otro ejemplo, en algunas realizaciones, pueden utilizarse fuentes de iones tipo

Penning para generar y/o acelerar iones para tratar material celulósico o lignocelulósico. El diseño de las fuentes de tipo Penning se analiza en la sección 7.2.1 de Prelec (1997).

Los aceleradores estáticos y/o dinámicos de diversos tipos también pueden usarse para acelerar iones. Los aceleradores estáticos incluyen típicamente una pluralidad de lentes electrostáticas que se mantienen a diferentes tensiones de corriente continua. Seleccionando valores apropiados de las tensiones aplicadas a cada uno de los elementos de lente, los iones introducidos en el acelerador pueden acelerarse a una energía final seleccionada. La FIG. 16 muestra un diagrama esquemático simplificado de un acelerador estático 1800 que está configurado para acelerar iones para tratar material celulósico o lignocelulósico 1835. El acelerador 1800 incluye una fuente de iones 1810 que produce iones e introduce los iones en una columna de iones 1820. La columna de iones 1820 incluye una pluralidad de lentes electrostáticas 1825 que aceleran los iones generados por la fuente de iones 1810 para producir un haz de iones 1815. Se aplican tensiones de corriente continua a las lentes 1825; los potenciales de las lentes permanecen aproximadamente constantes durante el funcionamiento. En general, el potencial eléctrico dentro de cada lente es constante, y los iones del haz de iones 1815 se aceleran en los huecos entre las diversas lentes 1825. La columna de iones 1820 también incluye una lente de deflexión 1830 y una lente de colimación 1832. Estas dos lentes operan para dirigir el haz de iones 1815 a una posición seleccionada sobre material celulósico o lignocelulósico 1835, y para enfocar el haz de iones 1815 sobre el material celulósico o lignocelulósico.

Aunque la FIG. 16 muestra una realización particular de un acelerador estático, son posibles muchas otras variaciones y adecuadas para tratar material celulósico o lignocelulósico. En algunas realizaciones, por ejemplo, se pueden intercambiar las posiciones relativas de la lente de deflexión 1830 y la lente de colimación 1832 a lo largo de la columna de iones 1820. También pueden estar presentes lentes electrostáticas adicionales en la columna de iones 1820, y la columna de iones 1820 puede incluir además elementos ópticos magnetostáticos. En ciertas realizaciones, pueden estar presentes una amplia diversidad de elementos adicionales en la columna de iones 1820, incluyendo deflectores (por ejemplo, deflectores cuadrupolares, hexapolares y/o octopolares), elementos de filtración tales como aperturas para eliminar especies no deseadas (por ejemplo, especies neutras y/o ciertas especies iónicas) del haz de iones 1815, extractores (por ejemplo, para establecer un perfil espacial para el haz de iones 1815), y otros elementos electrostáticos y/o magnetostáticos.

Los aceleradores lineales dinámicos - a menudo denominados LINACS - también se pueden usar para generar un haz de iones que puede usarse para tratar material celulósico o lignocelulósico. Típicamente, los aceleradores lineales dinámicos incluyen una columna de iones con una serie lineal de cavidades de radiofrecuencia, cada uno de los cuales produce un campo de radiofrecuencia (RF) oscilante e intenso que se cronometra para coincidir con la inyección y propagación de iones en la columna de iones. Como ejemplo, se pueden usar dispositivos tales como klystrons para generar los campos de RF en las cavidades. Al hacer coincidir las oscilaciones del campo con los tiempos de inyección de los iones, las cavidades de RF pueden acelerar los iones a altas energías sin tener que mantener los potenciales máximos durante largos períodos de tiempo. Como resultado, los LINACS típicamente no tienen los mismos requisitos de blindaje que los aceleradores de CC, y son típicamente de menor longitud. LINACS operan típicamente a frecuencias de 3 GHz (banda S, típicamente limitada a potencia relativamente baja) y 1 GHz (banda L, capaz de un funcionamiento de potencia significativamente mayor). Los LINACS típicos tienen una longitud total de 2-4 metros.

Un diagrama esquemático de un acelerador lineal dinámico 1850 (por ejemplo, un LINAC) se muestra en la FIG. 17. El LINAC 1850 incluye una fuente de iones 1810 y una columna de iones 1855 que incluye tres cavidades de aceleración 1860, un deflector 1865 y una lente de enfoque 1870. El deflector 1865 y la lente de enfoque 1870 funcionan para dirigir y enfocar el haz de iones 1815 sobre material celulósico o lignocelulósico 1835 después de la aceleración, como se ha analizado anteriormente. Las cavidades de aceleración 1860 están formadas por un material conductor tal como cobre, y funcionan como una guía de ondas para los iones acelerados. Los Klystrons 1862, conectados a cada una de las cavidades 1860, generan los campos de RF dinámicos que aceleran los iones dentro de las cavidades. Los Klystrons 1862 están configurados individualmente para producir campos de RF que, juntos, aceleran los iones en el haz de iones 1815 hasta una energía seleccionada final antes de incidir sobre el material celulósico o lignocelulósico 1835.

Como se ha analizado anteriormente en relación con los aceleradores estáticos, son posibles muchas variaciones del acelerador dinámico 1850 y se pueden usar para producir un haz de iones para tratar material celulósico o lignocelulósico. Por ejemplo, en algunas realizaciones, pueden estar presentes lentes electrostáticas adicionales en la columna de iones 1855, y la columna de iones 1855 puede incluir además elementos ópticos magnetostáticos. En ciertas realizaciones, pueden estar presentes una amplia diversidad de elementos adicionales en la columna de iones 1855, incluyendo deflectores (por ejemplo, deflectores cuadrupolares, hexapolares y/o octopolares), elementos de filtración tales como aperturas para eliminar especies no deseadas (por ejemplo, especies neutras y/o ciertas

especies iónicas) del haz de iones 1815, extractores (por ejemplo, para establecer un perfil espacial para el haz de iones 1815), y otros elementos electrostáticos y/o magnetostáticos. Además de los aceleradores estáticos y dinámicos específicos analizados anteriormente, otros sistemas de aceleradores adecuados incluyen, por ejemplo: Sistemas de tipo transformadores de núcleo aislado de corriente continua (ICT), disponibles en Nissin High Voltage, 5 Japón; LINACS de banda S, disponible en L3-PSD (Estados Unidos), Linac Systems (Francia), Mevex (Canadá) y Mitsubishi Heavy Industries (Japón); LINACS de banda L, disponible en Iotron Industries (Canadá); y los aceleradores basados en ILU, disponibles en Budker Laboratories (Rusia).

En algunas realizaciones, los aceleradores basados en van de Graaff pueden usarse para producir y/o acelerar 10 iones para el tratamiento posterior de material celulósico o lignocelulósico. La FIG. 18 muestra una realización de un acelerador de van de Graaff 1900 que incluye un electrodo de cubierta esférico 1902 y una correa aislante 1906 que recircula entre el electrodo 1902 y una base 1904 del acelerador 1900. Durante el funcionamiento, la correa aislante 1906 se desplaza sobre las poleas 1910 y 1908 en la dirección mostrada por la flecha 1918, y transporta la carga al electrodo 1902. La carga se elimina de la correa 1906 y se transfiere al electrodo 1902, de manera que la magnitud 15 del potencial eléctrico sobre el electrodo 1902 aumenta hasta que el electrodo 1902 es descargado por una chispa (o, como alternativa, hasta que la corriente de carga sea equilibrada por una corriente de carga).

La polea 1910 está conectada a tierra, como se muestra en la FIG. 18. Una descarga de corona se mantiene entre una serie de puntos o un cable fino en un lado de la correa 1906. El cable 1914 está configurado para mantener la 20 descarga de corona en el acelerador 1900. El cable 1914 se mantiene a un potencial positivo, de manera que la correa 1906 intercepta iones positivos que se mueven del cable 1914 a la polea 1910. A menudo que se mueve la correa 1906 en la dirección de la flecha 1918, las cargas interceptadas son llevadas al electrodo 1902, donde son eliminadas de la correa 1906 por una punta de aguja 1916 y se transfieren al electrodo 1902. Como resultado, se acumulan cargas positivas sobre la superficie del electrodo 1902; estas cargas pueden ser descargadas de la 25 superficie del electrodo 1902 y se usan para tratar material celulósico o lignocelulósico. En algunas realizaciones, el acelerador 1900 puede configurarse para proporcionar iones cargados negativamente haciendo funcionar el cable 1914 y la punta de aguja 1916 con un potencial negativo con respecto a la polea conectada a tierra 1910.

En general, el acelerador 1900 puede configurarse para proporcionar una amplia diversidad de tipos diferentes de 30 cargas positivas y negativas para tratar material celulósico o lignocelulósico. Los tipos ejemplares de cargas incluyen electrones, protones, iones de hidrógeno, iones de carbono, iones de oxígeno, iones de halógeno, iones metálicos y otros tipos de iones.

En ciertas realizaciones, los aceleradores en tándem (incluyendo aceleradores en tándem plegados) se pueden usar 35 para generar haces de iones para el tratamiento de material celulósico o lignocelulósico. Un ejemplo de un acelerador en tándem plegado 1950 se muestra en la FIG. 19. El acelerador 1950 incluye una columna de aceleración 1954, un separador de carga 1956, un deflector de haz 1958 y una fuente de iones 1952.

Durante el funcionamiento, la fuente de iones 1952 produce un haz 1960 de iones cargados negativamente, que se 40 dirige para entrar en el acelerador 1950 a través del puerto de entrada 1964. En general, la fuente de iones 1952 puede ser cualquier tipo de fuente de iones que produce iones cargados negativamente. Por ejemplo, las fuentes de iones adecuadas incluyen una fuente de iones negativos por fuente de bombardeo de cesio (SNICS), una fuente de iones de intercambio de carga de RF, o una fuente de iones de volumen toroidal (TORVIS). Cada una de las fuentes de iones ejemplares anteriores está disponible, por ejemplo, en National Electrostatics Corporation (Middleton, WI).

Una vez dentro del acelerador 1950, los iones negativos en el haz 1960 se aceleran acelerando la columna 1954. 45 Típicamente, la columna de aceleración 1954 incluye una pluralidad de elementos aceleradores tales como lentes electrostáticas. La diferencia de potencial aplicada en la columna 1954 para acelerar los iones negativos se puede generar usando diversos tipos de dispositivos. Por ejemplo, en algunas realizaciones, (por ejemplo, aceleradores Pelletron®), el potencial se genera usando un dispositivo de carga Pelletron®. Los dispositivos Pelletron® incluyen 50 una correa portadora de carga que está formada a partir de una pluralidad de eslabones de metal (por ejemplo, de acero) o gránulos que están puenteados por conectores aislantes (por ejemplo, formados a partir de un material tal como nylon). Durante el funcionamiento, la correa recircula entre un par de poleas, una de las cuales se mantiene al potencial de tierra. A medida que la correa se mueve entre la polea conectada a tierra y la polea opuesta (por ejemplo, la polea terminal), los gránulos metálicos se cargan positivamente por inducción. Al llegar a la polea 55 terminal, se retira la carga positiva que se ha acumulado en la correa, y los gránulos se cargan negativamente cuando salen de la polea terminal y vuelven a la polea conectada a tierra.

El dispositivo Pelletron® genera un gran potencial positivo dentro de la columna 1954 que se usa para acelerar los 60 iones negativos del haz 1960. Después de experimentar aceleración en la columna 1954, el haz 1960 pasa a través

del separador de carga 1956. El separador de carga 1956 puede implementarse como una lámina de metal delgada y/o un tubo que contiene un gas que separa los electrones de los iones negativos, por ejemplo. Los iones cargados negativamente se convierten de este modo en iones cargados positivamente que emergen del separador de carga 1956. Las trayectorias de los iones cargados positivamente emergentes se alteran de manera que los iones cargados positivamente recorren la columna de aceleración 1954, experimentando una segunda aceleración en la columna antes de emerger como un haz iónico cargado positivamente 1962 desde el puerto de salida 1966. El haz de iones cargados positivamente 1962 puede usarse entonces para tratar material celulósico o lignocelulósico de acuerdo con los diversos procedimientos descritos en el presente documento.

10 Debido a la geometría plegada del acelerador 1950, los iones se aceleran a una energía cinética que corresponde al doble de la diferencia de potencial generada por el dispositivo de carga Pelletron®. Por ejemplo, en un acelerador Pelletron® de 2 MV, los iones hidruro que se introducen por la fuente de iones 1952 se acelerarán a una energía intermedia de 2 MeV durante el primer pase a través de la columna 1954, se convierten en iones positivos (por ejemplo, protones), y se aceleran a una energía final de 4 MeV durante el segundo pase a través de la columna 1954.

En ciertas realizaciones, la columna 1954 puede incluir elementos además de, o como alternativas al dispositivo de carga Pelletron®. Por ejemplo, la columna 1954 puede incluir elementos de aceleración estáticos (por ejemplo, electrodos de corriente continua) y/o cavidades de aceleración dinámica (por ejemplo, cavidades de tipo LINAC con generadores de campo de RF de impulsos para aceleración de partículas). Los potenciales aplicados a los diversos dispositivos de aceleración se seleccionan para acelerar los iones cargados negativamente del haz 1960.

Los aceleradores en tándem ejemplares, incluyendo aceleradores tanto plegados como no plegados, están disponibles, por ejemplo, en National Electrostatics Corporation (Middleton, WI).

En algunas realizaciones, pueden usarse combinaciones de dos o más de los diversos tipos de aceleradores para producir haces de iones que son adecuados para tratar material celulósico o lignocelulósico. Por ejemplo, se puede utilizar un acelerador en tándem plegado en combinación con un acelerador lineal, un acelerador Rhodotron®, un Dynamitron®, un acelerador estático, o cualquier otro tipo de acelerador para producir haces de iones. Los aceleradores se pueden utilizar en serie, con el haz de iones de salida de un tipo de acelerador dirigido a entrar en otro tipo de acelerador para la aceleración adicional. Como alternativa, se pueden usar múltiples aceleradores en paralelo para generar múltiples haces de iones. En ciertas realizaciones, pueden usarse múltiples aceleradores del mismo tipo en paralelo y/o en serie para generar haces de iones acelerados.

En algunas realizaciones, pueden usarse múltiples aceleradores similares y/o diferentes para generar haces de iones que tienen composiciones diferentes. Por ejemplo, se puede usar un primer acelerador para generar un tipo de haz de iones, mientras que puede usarse un segundo acelerador para generar un segundo tipo de haz de iones. Los dos haces de iones pueden entonces acelerarse cada vez más en otro acelerador, o pueden usarse para tratar material celulósico o lignocelulósico.

Además, en ciertas realizaciones, puede usarse un único acelerador para generar múltiples haces de iones para tratar material celulósico o lignocelulósico. Por ejemplo, cualquiera de los aceleradores analizados en el presente documento (y otros tipos de aceleradores también) pueden modificarse para producir haces de iones de salida múltiples subdividiendo una corriente de iones inicial introducida en el acelerador de una fuente de iones. Como alternativa, o, además, un haz de iones cualquiera producido por cualquiera de los aceleradores descritos en el presente documento puede incluir sólo un único tipo de ión, o múltiples tipos diferentes de iones.

En general, cuando se utilizan múltiples aceleradores diferentes para producir uno o más haces de iones para el tratamiento de material celulósico o lignocelulósico, los múltiples aceleradores diferentes se pueden situar en cualquier orden con respecto al otro. Esto proporciona una gran flexibilidad en la producción de uno o más haces de iones, cada uno de los cuales tiene propiedades cuidadosamente seleccionadas para tratar material celulósico o lignocelulósico (por ejemplo, para tratar diferentes componentes en material celulósico o lignocelulósico).

Los aceleradores de iones descritos en el presente documento también pueden usarse en combinación con cualquiera de las otras etapas de tratamiento descritas en el presente documento. Por ejemplo, en algunas realizaciones, pueden usarse electrones e iones en combinación para tratar material celulósico o lignocelulósico. Los electrones e iones se pueden producir y/o acelerar por separado, y usarse para tratar material celulósico o lignocelulósico secuencialmente (en cualquier orden) y/o simultáneamente. En ciertas realizaciones, los haces de electrones y iones se pueden producir en un acelerador común y se usan para tratar material celulósico o lignocelulósico. Por ejemplo, muchos de los aceleradores de iones descritos en el presente documento pueden

configurarse para producir haces de electrones como una alternativa a, o, además, haces de iones. Por ejemplo, los aceleradores Dynamitron[®], aceleradores Rhodotron[®] y LINAC pueden configurarse para producir haces de electrones para el tratamiento de material celulósico o lignocelulósico.

- 5 Además, el tratamiento de material celulósico o lignocelulósico con haces de iones puede combinarse con otras técnicas tales como sonicación. En general, el tratamiento basado en sonicación puede ocurrir antes, durante o después del tratamiento basado en iones. Otros tratamientos tales como el tratamiento con haz de electrones también pueden producirse en cualquier combinación y/u orden con tratamiento ultrasónico y tratamiento con haz iónico.

10

Aditivos de papel

- Cualquiera de los muchos aditivos y revestimientos utilizados en la industria papelera puede añadirse o aplicarse a los materiales fibrosos, papeles, o cualquier otro material y producto descrito en el presente documento. Los aditivos incluyen cargas tales como carbonato de calcio, pigmentos plásticos, grafito, wollastonita, mica, vidrio, fibra de vidrio, sílice y talco; retardantes de llama inorgánicos tales como trihidrato de alúmina o hidróxido de magnesio; retardantes de llama orgánicos tales como compuestos orgánicos clorados o bromados; fibras de carbono; y fibras o polvos metálicos (por ejemplo, aluminio, acero inoxidable). Estos aditivos pueden reforzar, extender o cambiar propiedades eléctricas o mecánicas, propiedades de compatibilidad u otras propiedades. Otros aditivos incluyen almidón, lignina, fragancias, agentes de acoplamiento, antioxidantes, opacificantes, estabilizadores térmicos, colorantes tales como tintes y pigmentos, polímeros, por ejemplo, polímeros degradables, fotostabilizadores y biocidas. Los polímeros degradables representativos incluyen polihidroxiácidos, por ejemplo, poliláctidos, poliglicólidos y copolímeros de ácido láctico y ácido glicólico, poli(ácido (hidroxi)butírico), ácido poli(hidroxi)aléico, poli[lactida-co-(ε-caprolactona)], poli[glicólido-co-(ε-caprolactona)], policarbonatos, poli(aminoácidos), poli(hidroxi)alcanoato)s, polianhídridos, poliortoésteres y mezclas de estos polímeros.

- Cuando se incluyen aditivos, pueden estar presentes en cantidades, calculadas sobre una base en peso en seco, de menos de aproximadamente el 1 por ciento hasta aproximadamente el 80 por ciento, basado en el peso total del material fibroso. Más típicamente, las cantidades varían de entre aproximadamente el 0,5 por ciento a aproximadamente el 50 por ciento en peso, por ejemplo, de aproximadamente el 0,5 por ciento a aproximadamente el 5 por ciento, el 10 por ciento, el 20 por ciento, el 30 por ciento o más, por ejemplo, el 40 por ciento.

- Cualquier aditivo descrito en el presente documento puede encapsularse, por ejemplo, secarse por pulverización o microencapsularse, por ejemplo, para proteger los aditivos del calor o la humedad durante la manipulación.

35

Los revestimientos adecuados incluyen cualquiera de los muchos revestimientos utilizados en la industria del papel para proporcionar características de superficie específicas, incluyendo características de rendimiento requeridas para aplicaciones de impresión particulares.

- 40 Como se ha mencionado anteriormente, se pueden incluir diversas cargas en el papel. Por ejemplo, cargas inorgánicas tales como carbonato cálcico (por ejemplo, carbonato cálcico precipitado o carbonato cálcico natural), arcilla aragonita, arcillas ortorrómbicas, arcilla calcita, arcillas romboédricas, arcilla caolínica, arcilla bentonita, fosfato dicálcico, fosfato tricálcico, pirofosfato cálcico, metafosfato de sodio insoluble, carbonato de calcio precipitado, ortofosfato de magnesio, fosfato de trimagnesio, hidroxiapatitas, apatitas sintéticas, alúmina, xerogel de sílice, complejos de aluminosilicato de metal, silicatos de aluminio y sodio, silicato de zirconio, dióxido de silicio o combinaciones de los aditivos inorgánicos. Las cargas pueden tener, por ejemplo, un tamaño de partícula superior a 1 micrómetro, por ejemplo, superior a 2, 5, 10 o 25 micrómetros o incluso superior a 35 micrómetros.

- Las cargas de escala de nanómetro también se pueden usar solas, o junto con materiales fibrosos de cualquier tamaño y/o forma. Las cargas pueden estar en forma de, por ejemplo, partículas, placas o fibras. Por ejemplo, pueden usarse nanómetros de nanopartículas, silicio y nanotubos de carbono, y nanocables de silicio y carbono. Las cargas pueden tener una dimensión transversal inferior a 1000 nm, por ejemplo, inferior a 900, 800, 750, 600, 500, 350, 300, 250, 200 o 100 nm, o incluso inferior a 50 nm.

- 55 En algunas realizaciones, la nano-arcilla es una montmorillonita. Dichas arcillas están disponibles en los productos de Nanocor, Inc. y Southern Clay, y se han descrito en las Patentes de Estados Unidos N.º 6.849.680 y 6.737.464. Las arcillas se pueden tratar superficialmente antes de mezclar en, por ejemplo, una resina o un material fibroso. Por ejemplo, la arcilla puede tratarse superficialmente de manera que su superficie sea de naturaleza iónica, por ejemplo, catiónica o aniónica.

Se pueden usar también cargas de escala nanométrica agregados o aglomerados o cargas de escala nanométrica que se ensamblan en estructuras supramoleculares, por ejemplo, estructuras supramoleculares autoensambladas. Las cargas agregadas o supramoleculares pueden estar abiertas o cerradas en estructura, y pueden tener una diversidad de formas, por ejemplo, jaula, tubo o esférica.

Contenido de lignina

El papel puede contener lignina, por ejemplo, hasta el 1, 2, 3, 4, 5, 7,5, 10, 15, 20, o incluso el 25 % en peso de lignina.

Este contenido de lignina puede ser el resultado de la lignina presente en el material o materiales lignocelulósicos usados para fabricar el papel. Como alternativa, o adicionalmente, se puede añadir lignina al papel como un aditivo, como se ha mencionado anteriormente. En este caso, la lignina se puede añadir como un sólido, por ejemplo, en forma de polvo u otro material particulado, o puede disolverse o dispersarse y añadirse de forma líquida. En este último caso, la lignina se puede disolver en disolvente o en un sistema disolvente. El disolvente o sistema de disolvente puede estar en forma de una fase única o dos o más fases. Los sistemas de disolvente para materiales celulósicos y lignocelulósicos incluyen sistemas de sal de DMSO. Tales sistemas incluyen, por ejemplo, DMSO junto con una sal de litio, magnesio, potasio, sodio o cinc. Las sales de litio incluyen LiCl, LiBr, LiI, perclorato de litio y nitrato de litio. Las sales de magnesio incluyen nitrato de magnesio y cloruro de magnesio. Las sales de potasio incluyen yoduro y nitrato de potasio. Los ejemplos de sales de sodio incluyen yoduro y nitrato de sodio. Los ejemplos de sales de cinc incluyen cloruro de cinc y nitrato. Cualquier sal puede ser anhídrica o hidratada. Las cargas típicas de la sal en el DMSO están entre aproximadamente el 1 y aproximadamente el 50 por ciento, por ejemplo, entre aproximadamente el 2 y el 25, entre aproximadamente el 3 y el 15 o entre aproximadamente el 4 y el 12,5 por ciento en peso.

En algunos casos, la lignina se reticulará en el papel durante la irradiación, mejorando adicionalmente las propiedades físicas del papel.

30 Tipos de papel

El papel se caracteriza a menudo por el peso. El peso asignado a un papel es el peso de una resma, 500 hojas, de "tamaños básicos" variables, antes de que el papel se corte en el tamaño que se vende a los clientes finales. Por ejemplo, una resma de papel de 20 lb, 8½ x 11" pesa 5 libras, porque se ha cortado de una hoja más grande en cuatro piezas. En Estados Unidos, el papel de impresión es generalmente de 20 libras, 24 libras o 32 libras como mucho. El papel de cubierta es generalmente de 68 lb y 110 lb o más.

En Europa, el peso se expresa en gramos por metro cuadrado (gsm o simplemente g). El papel de impresión está generalmente entre 60 g y 120 g. Todo lo que pesa más de 160 g se considera cartulina. Por lo tanto, el peso de una resma depende de las dimensiones del papel, por ejemplo, una resma de tamaño A4 (210 mm x 297 mm) (aprox. 8,27" x 11,7") pesa 2,5 kilogramos (aprox. 5,5 libras).

La densidad de papel varía de 250 kg/m³ (16 lb/ft³) para papel de seda y 1500 kg/m³ (94 lb/ft³) para algunos papeles especiales. En algunos casos, la densidad del papel de impresión es de aproximadamente 800 kg/m³ (50 lb/ft³).

Los procedimientos descritos en el presente documento son adecuados para su uso con todos estos grados de papel, así como otros tipos de papel tales como cartón corrugado, cartón y otros productos de papel. Los procesos descritos en el presente documento pueden usarse para tratar papel que se usa, por ejemplo, en cualquiera de las siguientes aplicaciones: como sellos; como papel moneda, billetes de banco, valores, cheques y similares; en libros, revistas, periódicos y arte; para empaquetar, por ejemplo, cartulina, cartón corrugado, bolsas de papel, sobres, envoltura de tejido, cajas; en productos para el hogar, tales como papel higiénico, pañuelos de papel, toallas de papel, papel de esmeril, servilletas; cartón alveolar, utilizado como material de núcleo en materiales compuestos; materiales de construcción; papel de construcción; ropa desechable; y en diversos usos industriales, incluyendo papel de esmeril, papel de lija, papel secante, papel tornasol, papel indicador universal, cromatografía de papel, separadores de baterías y dieléctricos de condensadores. El papel puede ser papel de una única capa o multicapa.

El papel puede estar hecho de cualquier tipo deseado de fibra, incluyendo fibra derivada de madera y papel reciclado, así como fibra derivada de otras fuentes. Los materiales de fibra vegetal, tales como algodón, cáñamo, lino y arroz, se pueden usar en solitario o juntos unos con otros o con fibras derivadas de madera. Otras fuentes de fibras que no provienen de madera incluyen, pero sin limitación, caña de azúcar, bagazo, paja, bambú, kenaf, yute,

lino, y algodón. Una amplia diversidad de fibras sintéticas, tal como el polipropileno y polietileno, así como también otros ingredientes tales como cargas inorgánicas, pueden incorporarse al papel como un medio para conferir propiedades físicas deseadas. Puede ser deseable incluir estas fibras no madereras en papel utilizado en aplicaciones especiales tales como papel moneda, papelería fina, papel artístico y otras aplicaciones que requieren características particulares de resistencia o estética.

El papel puede ser irradiado antes o después de la impresión. Se puede usar radiación para marcar el papel, por ejemplo, aumentando el número de grupos de ácido carboxílico en la zona irradiada. Esto puede ser útil, por ejemplo, para marcar moneda.

10

Agua de proceso

En los procesos descritos en el presente documento, siempre que se use agua en cualquier proceso, puede ser agua gris, por ejemplo, agua gris municipal o aguas negras. En algunas realizaciones, el agua gris o negra se esteriliza antes de su uso. La esterilización puede realizarse mediante cualquier técnica deseada, por ejemplo, mediante irradiación, vapor o esterilización química.

15

Ejemplos

20 Los siguientes ejemplos no pretenden limitar las invenciones indicadas en las reivindicaciones.

Ejemplo 1 - Procedimientos para determinar el peso molecular de materiales lignocelulósicos y lignocelulósicos por cromatografía de permeación en gel

25 Este ejemplo ilustra cómo se determina el peso molecular para los materiales analizados en el presente documento. Los materiales celulósicos y lignocelulósicos para análisis se trataron como se indica a continuación:

Se obtuvo una estiba de 1500 libras de cartón Kraft blanco blanqueado virgen con una densidad en masa de 30 lb/ft³ de International Paper. El material se plegó en forma plana, y luego se usó para alimentar una cortadora Flinch Baugh de 3 hp a una velocidad de aproximadamente entre 15 y 20 libras por hora. La cortadora estaba equipada con dos cuchillas rotatorias de 12 pulgadas, dos cuchillas fijas y un tamiz de descarga de 0,30 pulgadas. El espacio entre las cuchillas rotatorias y las fijas se ajustó a 0,10 pulgadas. La salida de la cortadora se parecía a confeti (como anteriormente). El material tipo confeti se usó para alimentar una cortadora de cuchillos rotatorios Munson, Modelo SC30. El tamiz de descarga tenía aberturas de 1/8 pulgadas. El espacio entre las cuchillas rotatorias y las fijas se configuró en aproximadamente 0,020 pulgadas. La cortadora de cuchillo rotatorio cortó las piezas tipo confeti a lo largo de los ejes de los cuchillos. El material resultante del primer corte se suministró de nuevo a la misma configuración y se reemplazó el tamiz por un tamiz de 1/16 pulgadas. Este material se cortó. Este material resultante del segundo corte se usó para retroalimentar la misma configuración y se reemplazó el tamiz por un tamiz de 1/32 pulgadas. Este material se cortó. El material fibroso resultante tuvo un área superficial BET de 1,6897 m²/g +/- 0,0155 m²/g, una porosidad del 87,7163 por ciento y una densidad en masa (@0,53 psia) de 0,1448 g/ml. La longitud promedio de las fibras fue de 0,824 mm y el espesor promedio de las fibras fue de 0,0262 mm, dando una L/D promedio de 32:1.

30

35

40

Los materiales de muestra que se presentan en las siguientes Tablas 1 y 2 incluyen papel Kraft (P), paja de trigo (WS), alfalfa (A), y césped de pradera (SG). El número "132" de la ID de Muestra se refiere al tamaño de partícula del material después de cortarlo a través de un tamiz de 1/32 pulgadas. El número luego del guión se refiere a la dosis de radiación (MRad) y "US" se refiere a tratamiento ultrasónico. Por ejemplo, un ID de muestra "P132-10" se refiere a un papel Kraft que se ha cortado a un tamaño de partícula de malla 132 y que se ha irradiado con 10 MRad.

45

50 **Tabla 1** Peso molecular promedio pico de papel Kraft irradiado

Fuente de muestra	ID de muestra	Dosificación ¹ (MRad)	Ultrasonido ²	PM promedio ± Desv. Est.
Papel Kraft	P132	0	No	32853 ± 10006
	P132-10	10	"	61398 ± 2468**
	P132-100	100	"	8444 ± 580
	P132-181	181	"	6668 ± 77

Fuente de muestra	ID de muestra	Dosificación ¹ (MRad)	Ultrasonido ²	PM promedio \pm Desv. Est.
	P132-US	0	Sí	3095 \pm 1013

**Las bajas dosis de irradiación parecen aumentar el peso molecular de algunos materiales
¹Velocidad de dosis = 1 MRad/hora
²Tratamiento durante 30 minutos con 20 kHz de ultrasonidos usando un resonador de 1000 W en condiciones de recirculación con el material dispersado en agua.

Tabla 2 Peso molecular promedio pico de materiales irradiados

ID de muestra	Pico n.º	Dosificación ¹ (MRad)	Ultrasonido ²	PM promedio \pm Desv. Est.
WS132	1	0	No	1407411 \pm 175191
	2	"	"	39145 \pm 3425
	3	"	"	2886 \pm 177
WS132-10*	1	10	"	26040 \pm 3240
WS132-100*	1	100	"	23620 \pm 453
A132	1	0	"	1604886 \pm 151701
	2	"	"	37525 \pm 3751
	3	"	"	2853 \pm 490
A132-10*	1	10	"	50853 \pm 1665
	2	"	"	2461 \pm 17
A132-100*	1	100	"	38291 \pm 2235
	2	"	"	2487 \pm 15
SG132	1	0	"	1557360 \pm 83693
	2	"	"	42594 \pm 4414
	3	"	"	3268 \pm 249
SG132-10*	1	10	"	60888 \pm 9131
SG132-100*	1	100	"	22345 \pm 3797
SG132-10-US	1	10	Sí	86086 \pm 43518
	2	"	"	2247 \pm 468
SG132-100-US	1	100	"	4696 \pm 1465

*Los picos se unen después del tratamiento
**Las bajas dosis de irradiación parecen aumentar el peso molecular de algunos materiales
¹Velocidad de dosis = 1 MRad/hora
²Tratamiento durante 30 minutos con 20 kHz de ultrasonidos usando un resonador de 1000 W en condiciones de recirculación con el material dispersado en agua.

- 5 La cromatografía de permeación en gel (GPC) se usa para determinar la distribución del peso molecular de los polímeros. Durante el análisis de GPC, se hace pasar una solución de la muestra de polímero a través de una columna empacada con un gel poroso que atrapa moléculas pequeñas. La muestra se separa en base al tamaño molecular con moléculas más grandes que se eluyen antes que las moléculas más pequeñas. El tiempo de retención de cada componente se detecta con mayor frecuencia mediante el índice de refracción (RI), dispersión de luz por

evaporación (ELS) o el ultravioleta (UV) y se compara con una curva de calibración. Los datos resultantes se utilizan entonces para calcular la distribución del peso molecular de la muestra.

Se utiliza una distribución de pesos moleculares en lugar de un peso molecular único para caracterizar polímeros sintéticos. Para caracterizar esta distribución, se utilizan los promedios estadísticos. Los más comunes de estos promedios son el "peso molecular promedio en número" (M_n) y el "peso molecular promedio en peso" (M_w). Los procedimientos para calcular estos valores se describen en la técnica, por ejemplo, en el Ejemplo 9 del documento WO 2008/073186.

10 El índice de polidispersidad o PI se define como la relación de M_w/M_n . Cuanto mayor sea el PI, más amplia o más dispersa será la distribución. El valor más bajo que un PI puede ser de 1. Esto representa una muestra monodispersa; es decir, un polímero con todas las moléculas en la distribución siendo el mismo peso molecular.

El valor de peso molecular de pico (M_p) es otro descriptor definido como el modo de la distribución de pesos moleculares. Se refiere al peso molecular que es más abundante en la distribución. Este valor también da una idea de la distribución del peso molecular.

La mayoría de las mediciones de GPC se hacen en relación con un estándar de polímero diferente. La exactitud de los resultados depende de cuán estrechamente las características del polímero que se está analizando coincidan con las de la norma utilizada. El error esperado en la reproducibilidad entre diferentes series de determinaciones, calibrado por separado, es de aproximadamente el 5-10 % y es característico de la precisión limitada de las determinaciones de GPC. Por lo tanto, los resultados de GPC son más útiles cuando se realiza una comparación entre la distribución de peso molecular de diferentes muestras durante la misma serie de determinaciones.

25 Las muestras lignocelulósicas requirieron preparación de la muestra antes del análisis de GPC. En primer lugar, se preparó una solución saturada (8,4 % en peso) de cloruro de litio (LiCl) en dimetilacetamida (DMAc). Se añadieron aproximadamente 100 mg de la muestra a aproximadamente 10 g de una solución saturada de LiCl/DMAc recién preparada, y la mezcla se calentó a aproximadamente 150 °C-170 °C con agitación durante 1 hora. Las soluciones resultantes eran generalmente de color amarillo claro a amarillo oscuro. La temperatura de las soluciones se redujo a aproximadamente 100 °C y se calentó durante 2 horas adicionales. La temperatura de las soluciones se redujo después a aproximadamente 50 °C y la solución de la muestra se calentó durante aproximadamente 48 a 60 horas. Cabe apreciar que, las muestras irradiadas a 100 MRad se solubilizaron más fácilmente en comparación con su contraparte no tratada. Además, las muestras cortadas (representadas por el número 132) tenían pesos moleculares medios ligeramente más bajos en comparación con muestras sin cortar.

35 Las soluciones de muestra resultantes se diluyeron 1:1 usando DMAc como disolvente y se filtraron a través de un filtro de PTFE de 0,45 µm. Las soluciones de muestra filtradas se analizaron a continuación mediante GPC. El peso molecular promedio de pico (M_p) de las muestras, determinado por Cromatografía de Permeación en Gel (GPC), se resume en las Tablas 1 y 2, anteriores. Cada muestra se preparó por duplicado y cada preparación de la muestra se analizó por duplicado (dos inyecciones) para un total de cuatro inyecciones por muestra. Los patrones de poliestireno EasiCal® PS1A y PS1B se usaron para generar una curva de calibración para la escala de peso molecular de aproximadamente 580 a 7.500,00 Daltons. Las condiciones de análisis de GPC se recogen en la Tabla 3, a continuación.

45 **Tabla 3 Condiciones de análisis GPC**

Instrumento:	Waters Alliance GPC 2000
Columnas (3):	Plgel 10 µ Mixed-B
	S/N: 10M-MB-148-83; 10M-MB-148-84; 10M-MB-174-129
Fase móvil (disolvente):	LiCl al 0,5 % en DMAc (1,0 ml/min)
Temperatura columna/detector:	de 70 °C
Temperatura del inyector:	70 °C
Tamaño de bucle de muestra:	323,5 µl

Ejemplo 2 - Muestras de cartón del procesamiento de haz de electrones

Las muestras de cartón marrón de 1,27 mm (0,050 pulgadas) de grosor se trataron con un haz de electrones utilizando un acelerador de onda continua Rhodotron® TT200 abovedado que suministra electrones de 5 MeV a una potencia de salida de 80 kW. La Tabla 4 describe los parámetros nominales para el TT200. La Tabla 5 indica las dosis nominales (en MRad) y las dosis reales (en kgy) administradas a las muestras.

Tabla 4 Parámetros de Rhodotron® TT 200

Haz	
Haz producido:	Electrones acelerados
Energía de haz:	Nominal (máximo): 10 MeV (+0 keV-250 keV)
Dispersión de energía a 10 MeV:	Amplitud total media máxima (FWHM) 300 keV
Potencia del haz a 10 MeV:	Intervalo operativo garantizado 1 a 80 kW
Consumo de potencia	
Condición de reposo (vacío y refrigeración ON):	<15 kW
Potencia de haz a 50 kW:	<210 kW
Potencia de haz a 80 kW:	<260 kW
Sistema de RF	
Frecuencia:	107,5 ± 1 MHz
Tipo tetrodo:	Thomson TH781
Resonador de barrido	
Longitud de barrido nominal (medida a 25-35 cm de la ventana):	120 cm
Intervalo de barrido:	Del 30 % al 100 % de longitud de barrido nominal
Frecuencia de barrido nominal (a la longitud de barrido máx.):	100 Hz ± 5 %
Uniformidad de barrido (a través del 90 % de la longitud de barrido nominal)	± 5 %

10

Tabla 5 Dosificaciones administradas a las muestras

Dosificación total (MRad) (Número asociado con el ID de muestra)	Dosis administrada (kgy) ¹
1	9,9
3	29,0
5	50,4
7	69,2
10	100,0
15	150,3
20	198,3

Dosificación total (MRad) (Número asociado con el ID de muestra)	Dosis administrada (kgy) ¹
30	330,9
50	529,0
70	695,9
100	993,6

¹Por ejemplo, se administraron 9,9 kgy en 11 segundos a una corriente de haz de 5 mA y una velocidad de línea de 12,9 pies/minuto. El tiempo de enfriamiento entre tratamientos de 1 MRad fue de aproximadamente 2 minutos.

Las muestras de cartón tratadas por debajo de 7 MRad eran más rígidas al tacto que los controles no tratados, pero parecían de otra manera visiblemente idénticas a las de los controles. Las muestras tratadas a aproximadamente 10 MRad eran de rigidez comparable a las de los controles al tacto, mientras que las tratadas con dosis más altas eran más flexibles bajo manipulación. La degradación extensa del material fue visiblemente evidente para muestras tratadas por encima de 50 Mrad.

OTRAS REALIZACIONES

- 10 Debe entenderse que, aunque la invención se ha descrito junto con su descripción detallada de la misma, la descripción anterior pretende ilustrar y no limitar el alcance de la invención, que se define por el alcance de las reivindicaciones adjuntas. Otros aspectos, ventajas y modificaciones están dentro del alcance de las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para fabricar un producto de papel irradiado, comprendiendo el procedimiento tratar un producto de papel que comprende un primer material que contiene carbohidratos que tiene un primer peso molecular con al menos 0,25 Mrad de radiación ionizante para proporcionar un producto de papel irradiado que comprende un segundo material que contiene carbohidrato que tiene un segundo peso molecular mayor que el primer peso molecular, donde el tratamiento comprende irradiar el producto de papel con radiación de haz de electrones, y los electrones en el haz de electrones tienen una energía de 0,25 MeV a 7,5 MeV.
- 10 2. El procedimiento de la reivindicación 1, donde el producto de papel irradiado se ha irradiado con una dosis de radiación ionizante de aproximadamente 0,25 a aproximadamente 5 Mrad, o de aproximadamente 0,25 a aproximadamente 2,5 MRad.
3. El procedimiento de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, que comprende además inactivar el
15 producto de papel irradiado.
4. El procedimiento de la reivindicación 3, donde la inactivación se realiza en presencia de un gas seleccionado para reaccionar con radicales presentes en el producto de papel irradiado.
- 20 5. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que comprende además el tratamiento superficial del producto de papel irradiado con un revestimiento o tinte.
6. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que comprende además injertar un material sobre sitios de injerto del producto de papel irradiado.
25
7. El procedimiento de la reivindicación 6, donde el material comprende un colorante reactivo.
8. El procedimiento de la reivindicación 6, donde el injerto comprende irradiar una combinación que comprende el producto de papel y un agente de injerto de manera que el agente de injerto se une al producto de
30 papel.
9. El procedimiento de la reivindicación 8, donde el agente de injerto se une covalentemente al material celulósico.
- 35 10. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, donde el peso molecular promedio en número de partida (antes de la irradiación) del producto de papel es de aproximadamente 20.000 a aproximadamente 500.000, tal como de aproximadamente 25.000 a aproximadamente 100.000.
11. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, donde el peso molecular promedio en número después de la irradiación es mayor que el peso molecular medio numérico, por ejemplo, en al menos aproximadamente el 10 %, 25 %, 50 %, 75 %, 100 %, 150 %, 200 %, 300 %, o como mucho el 500 %.
- 45 12. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, donde el peso molecular promedio en número de partida está en el intervalo de aproximadamente 20.000 a aproximadamente 100.000, y el peso molecular promedio en número después de la irradiación es de aproximadamente 40.000 a aproximadamente 200.000.
13. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde no se añaden los aditivos de reticulación.
50
14. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, donde la radiación ionizante reticula el material que contiene carbohidratos.

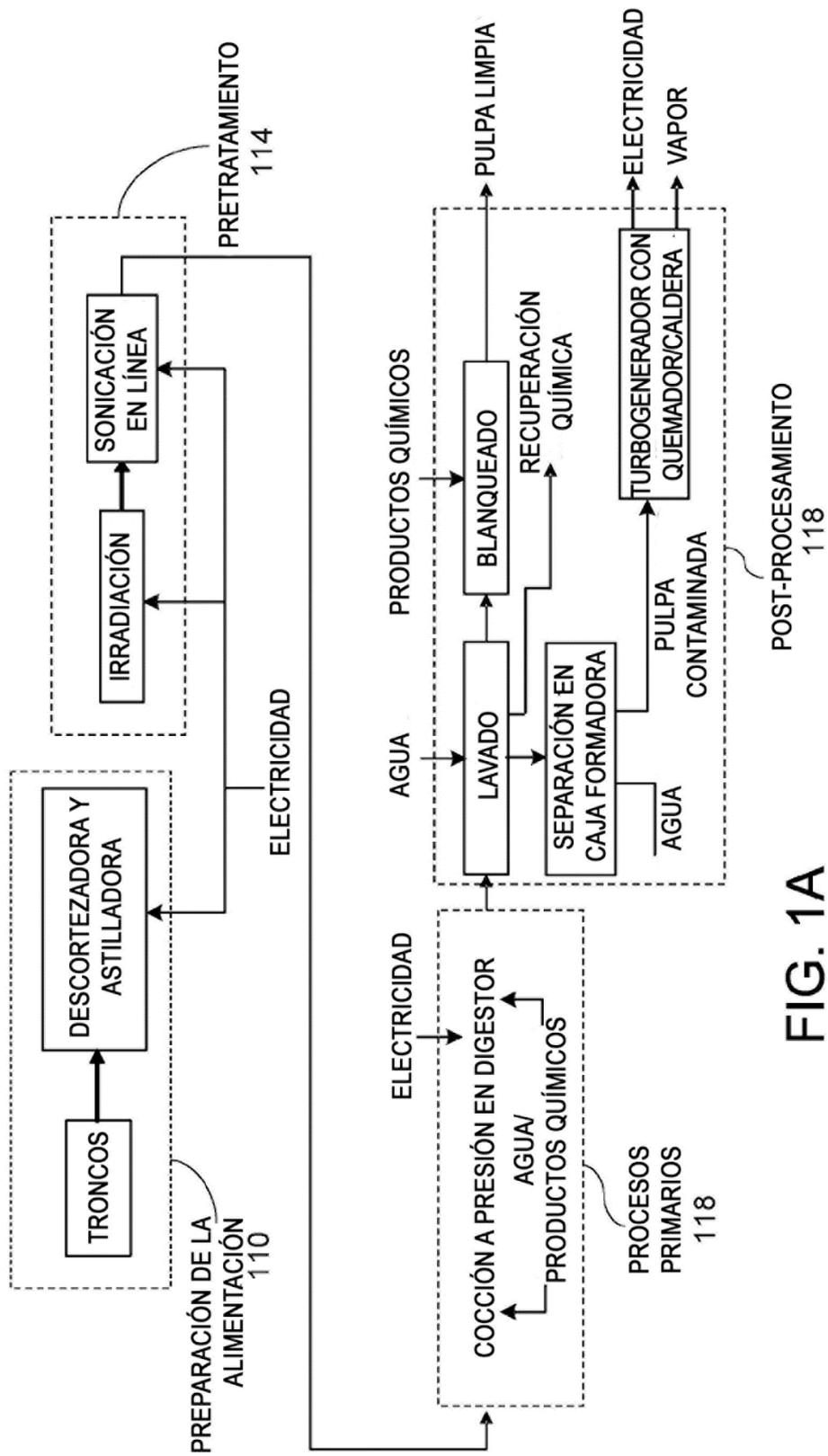


FIG. 1A

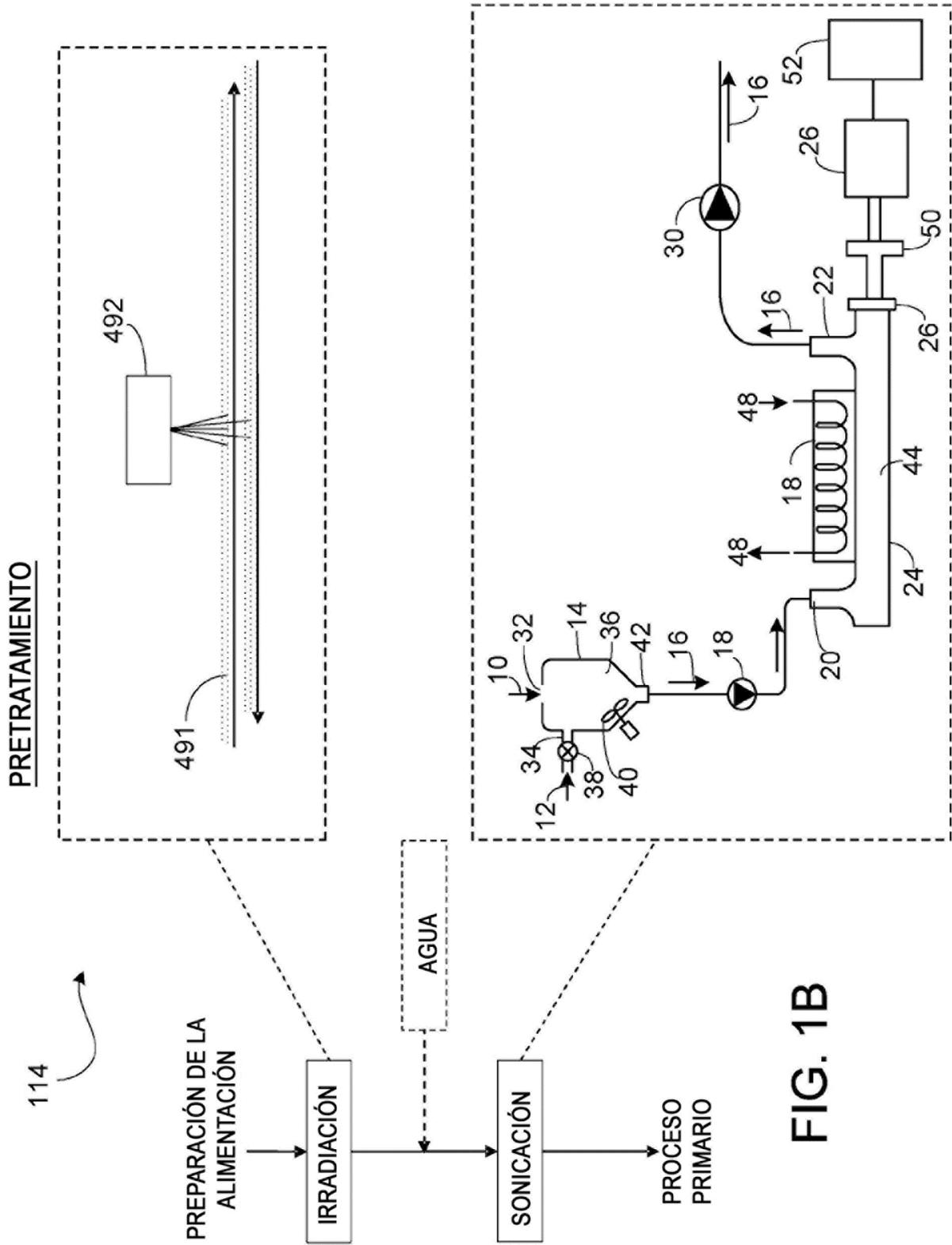


FIG. 1B

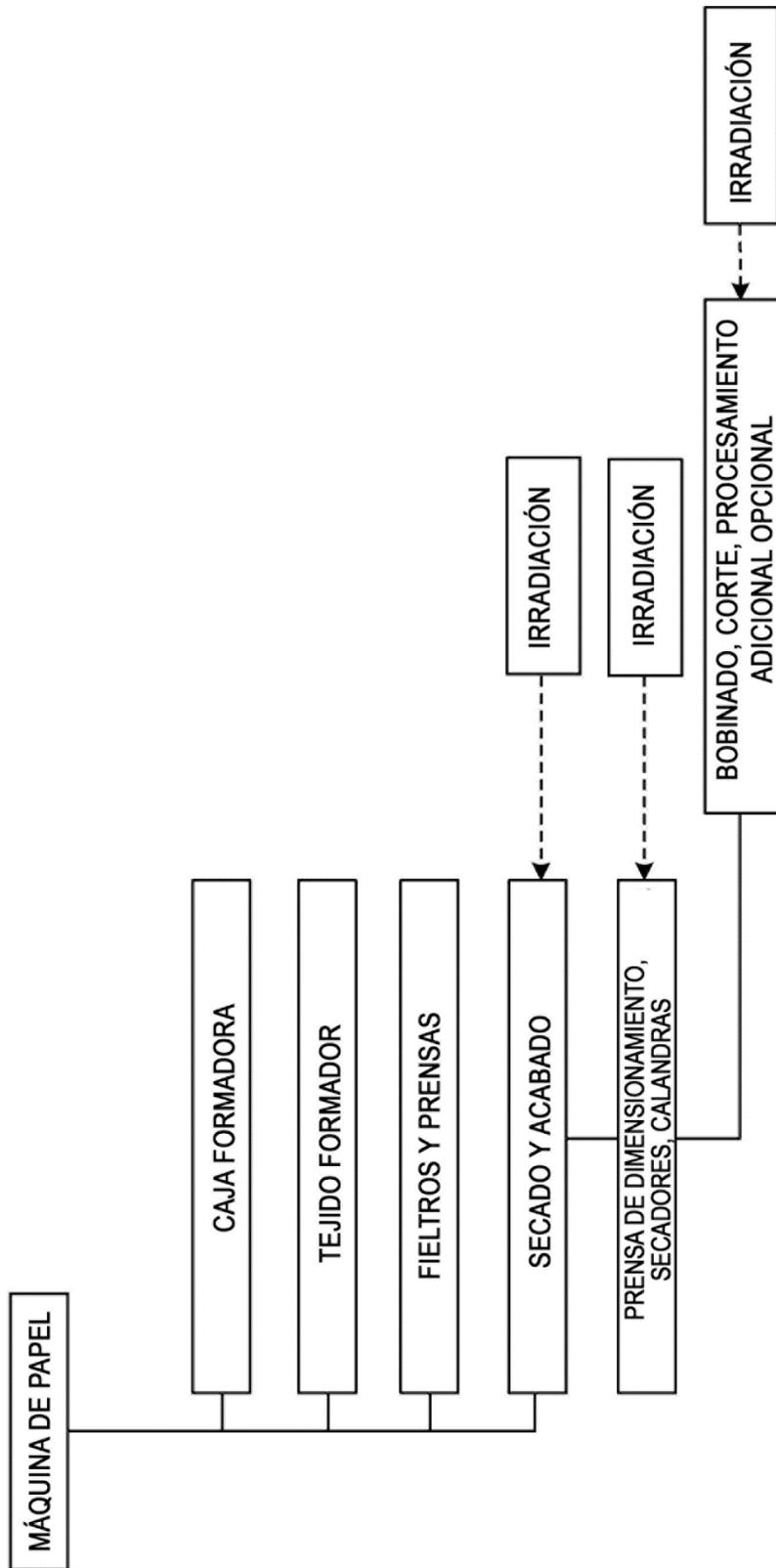


FIG. 2

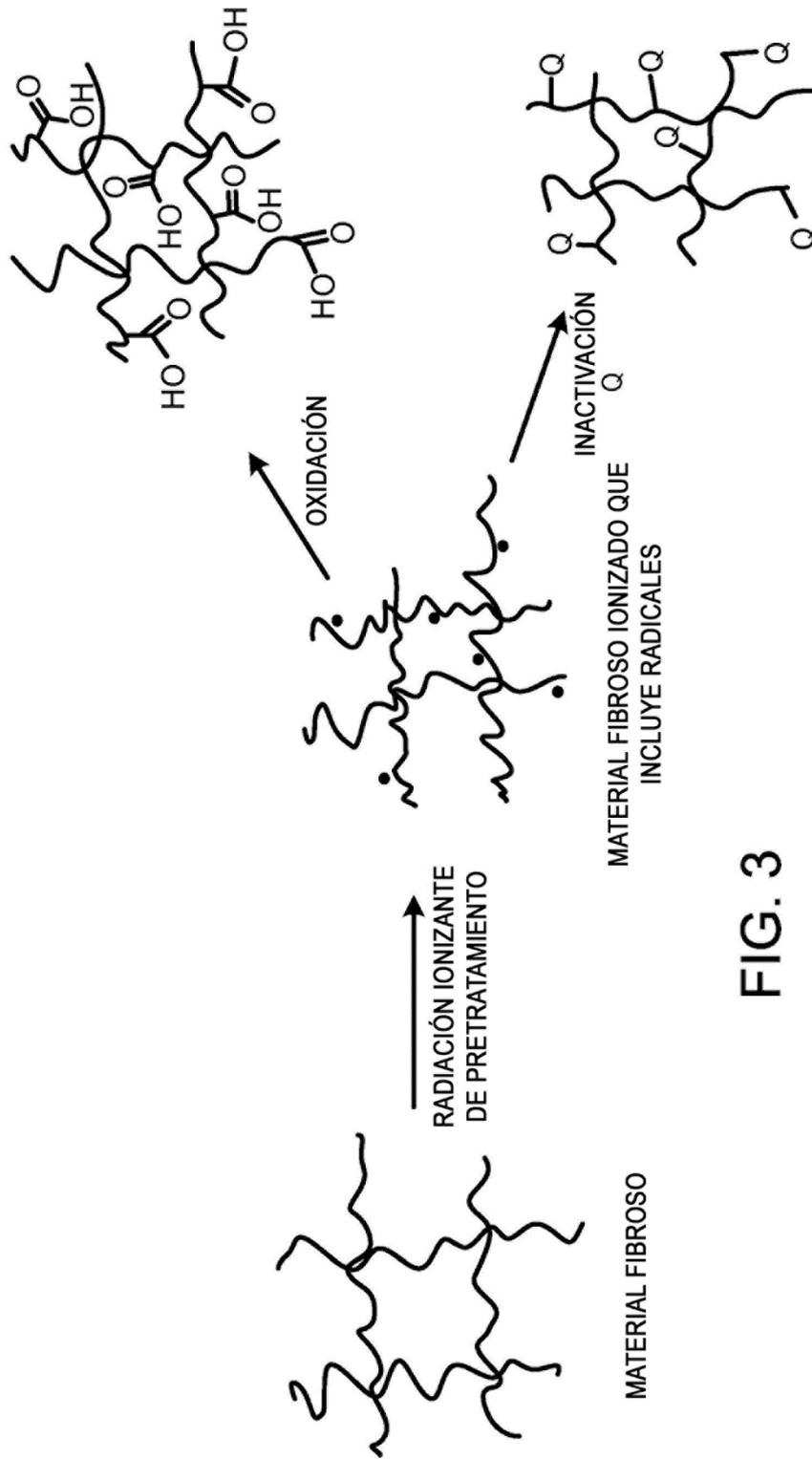
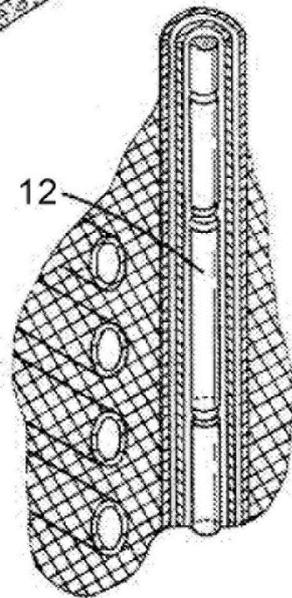
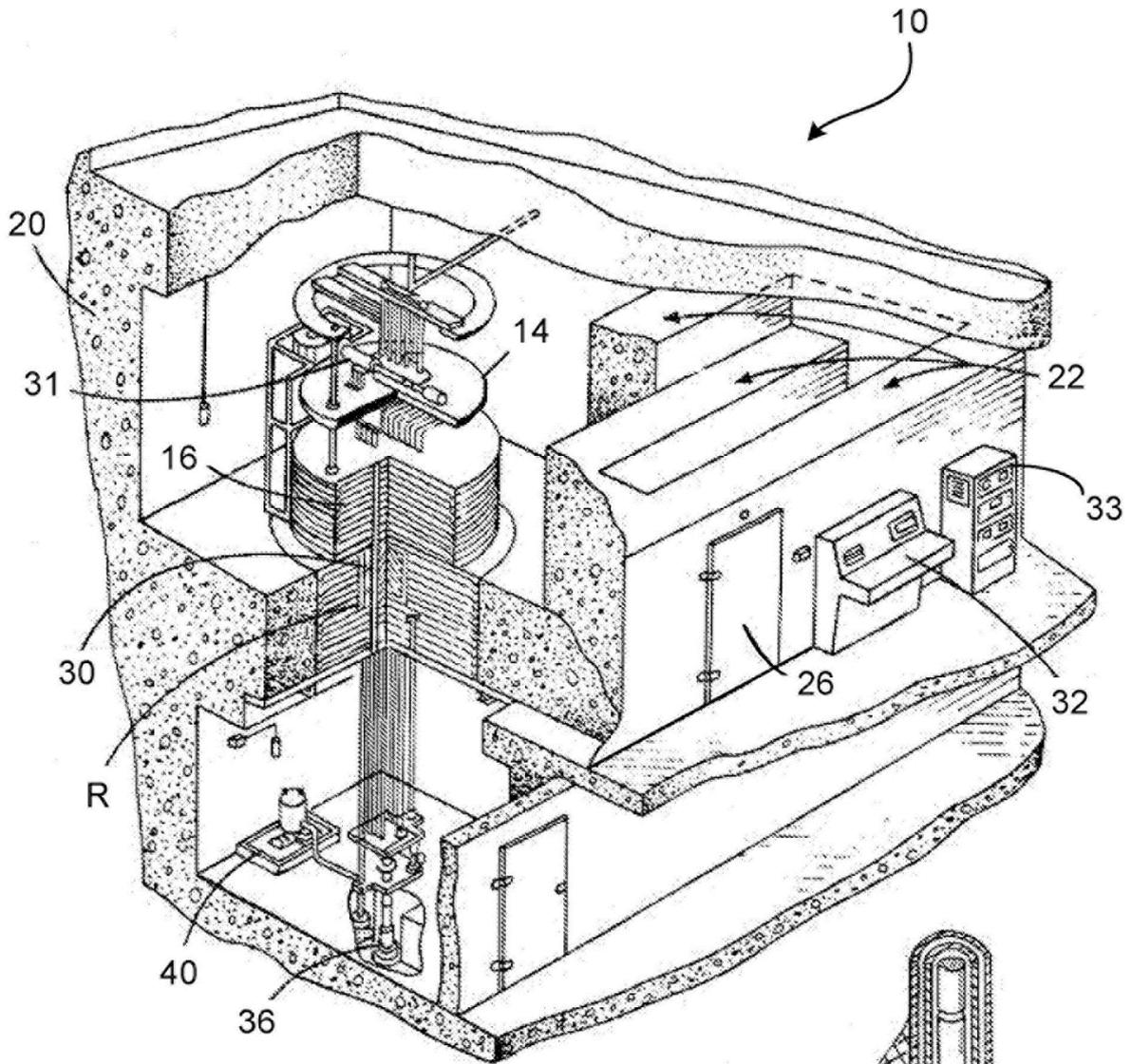


FIG. 3



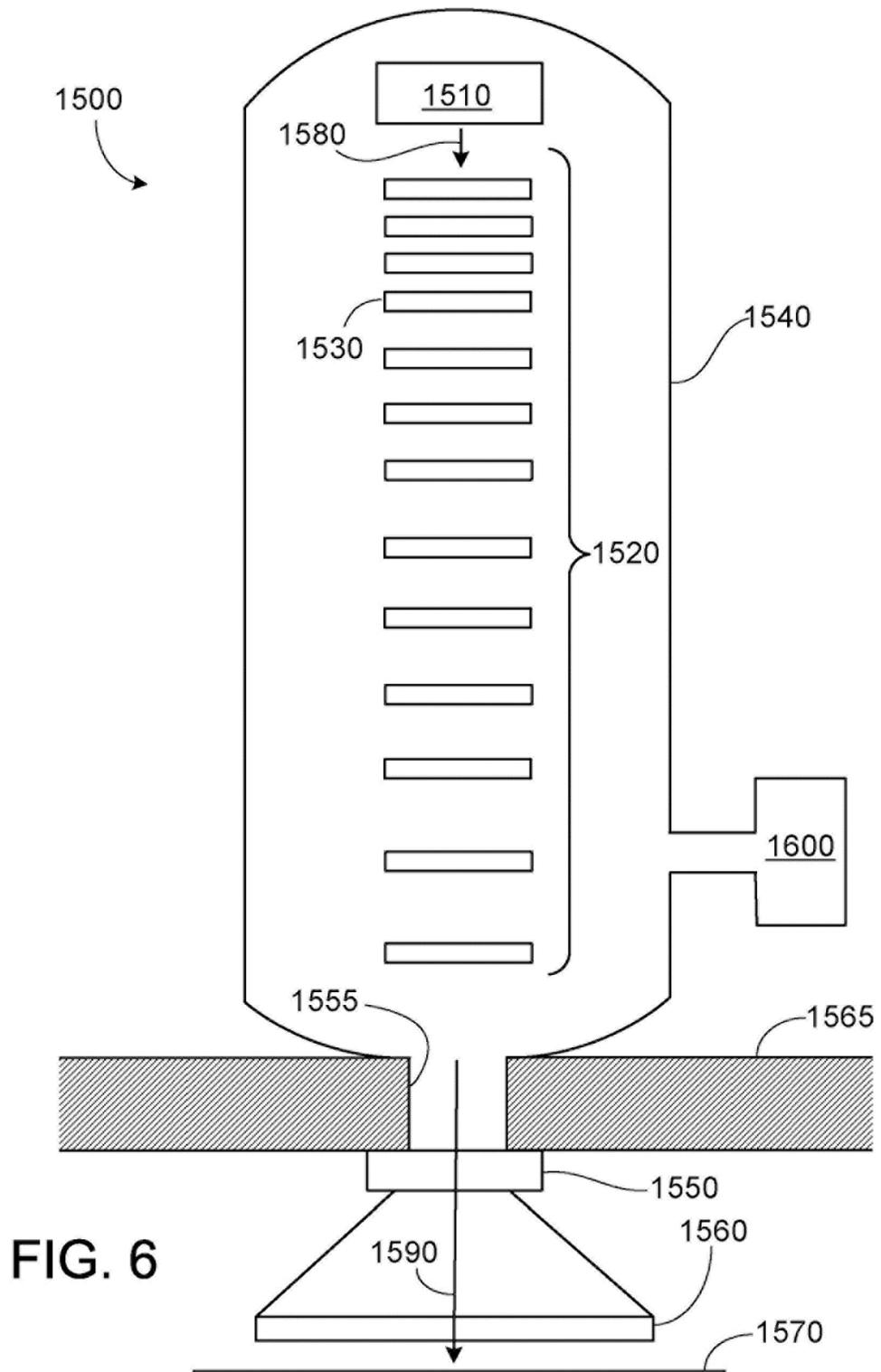


FIG. 6

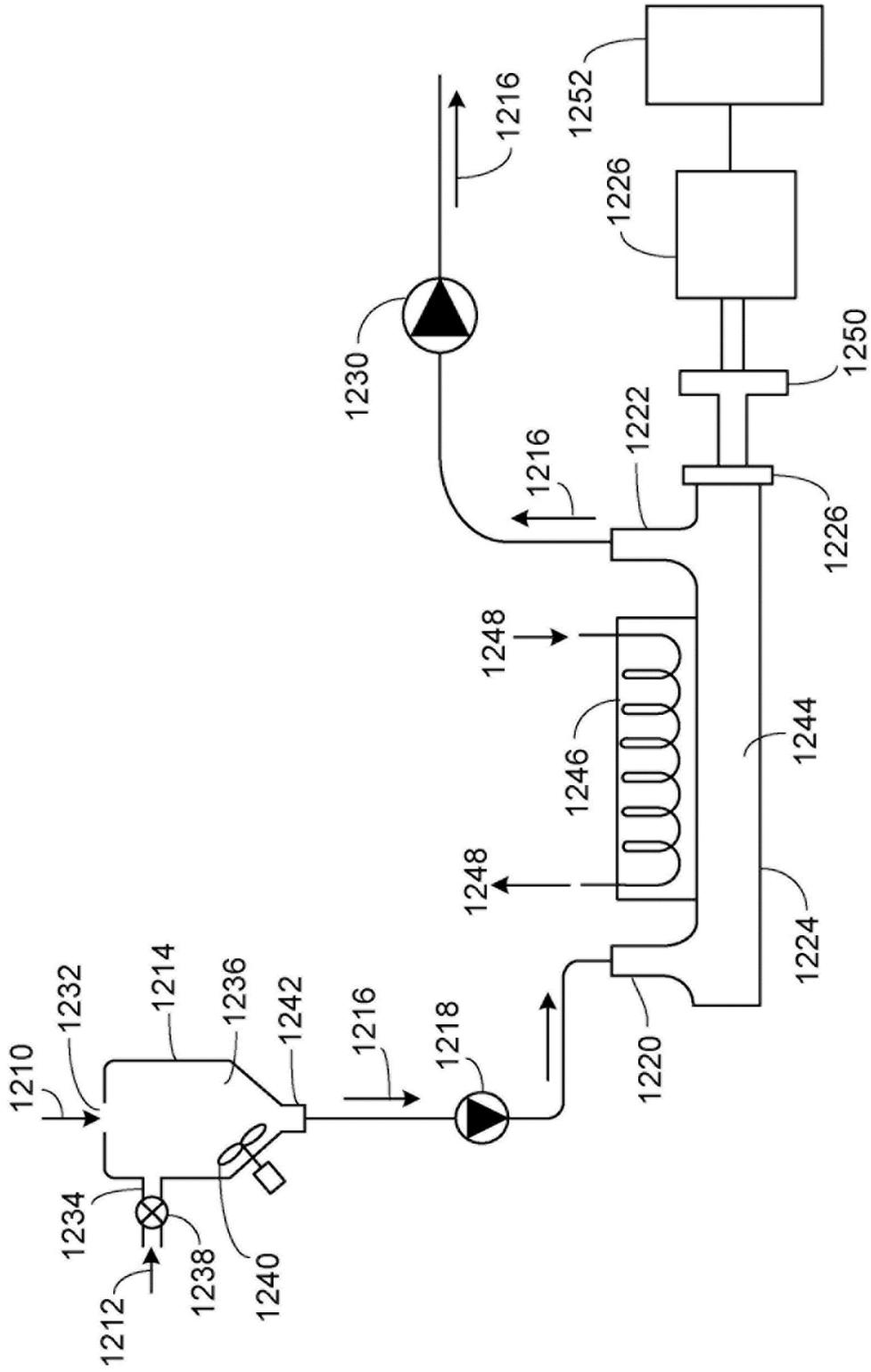


FIG. 7

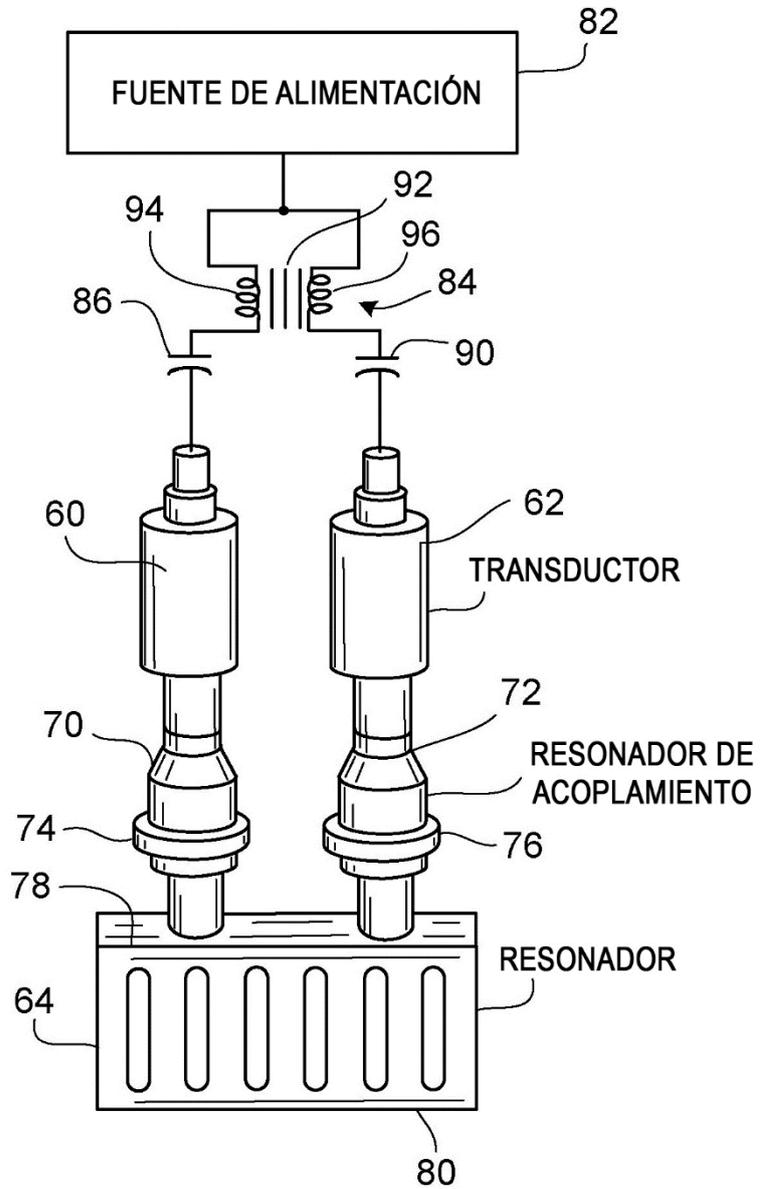


FIG. 8

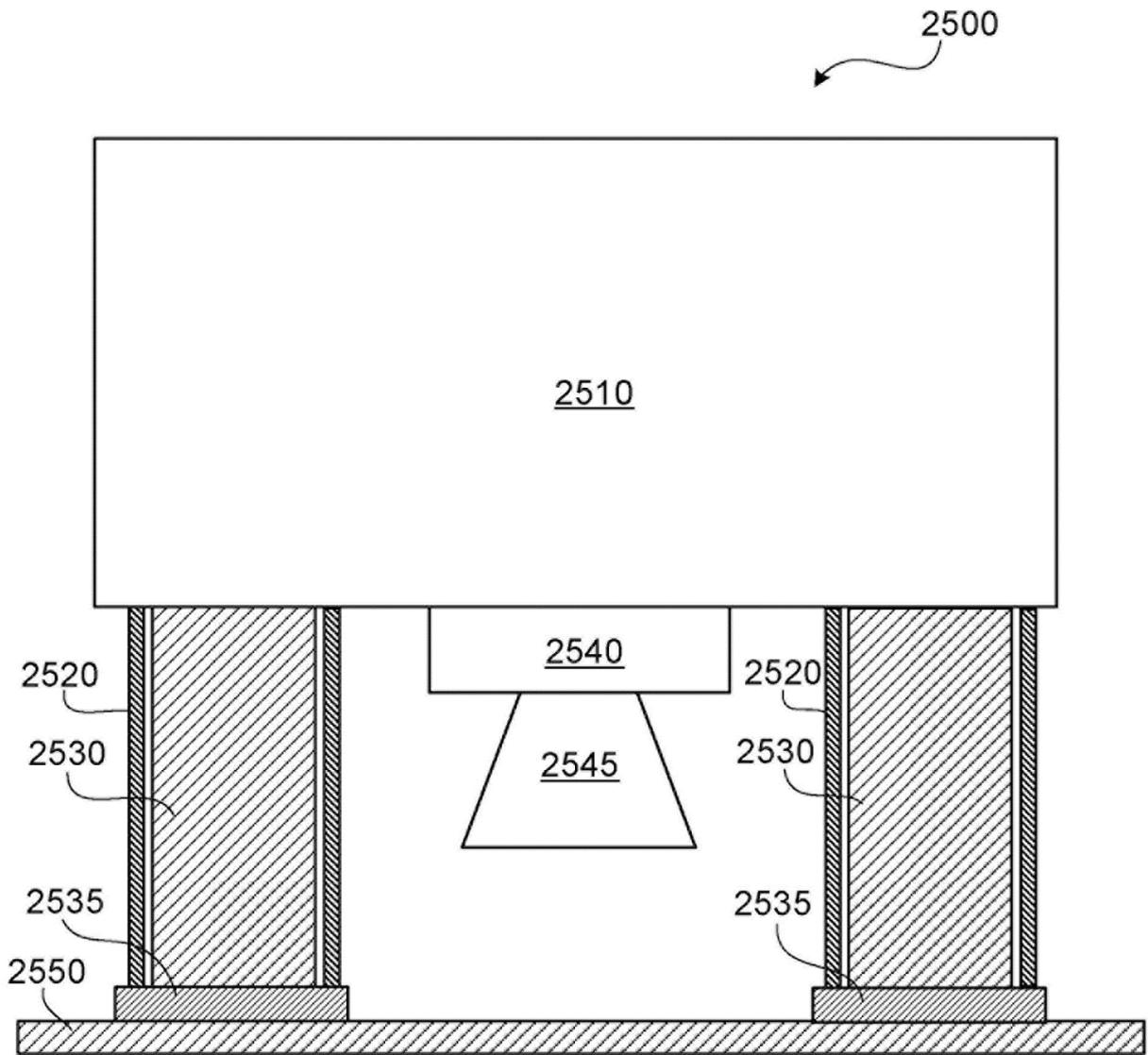


FIG. 9

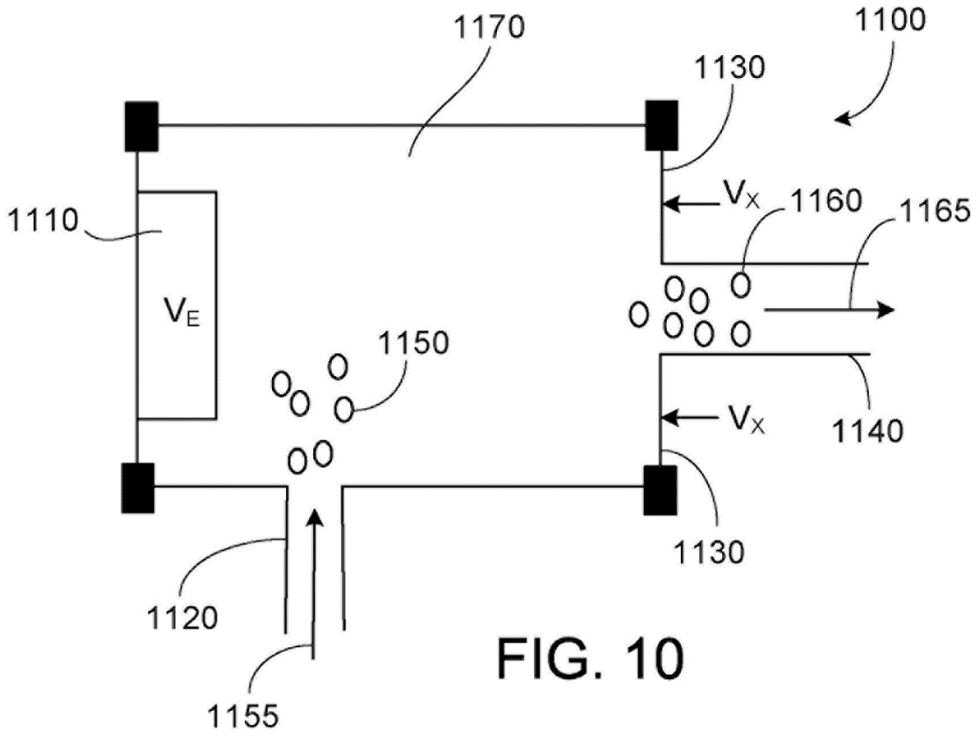


FIG. 10

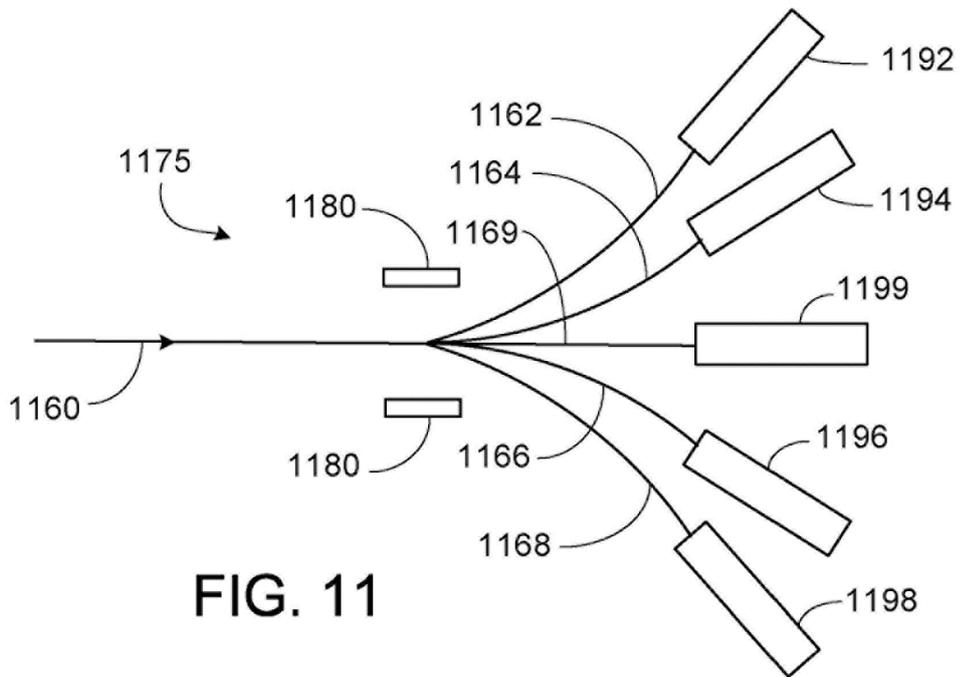


FIG. 11

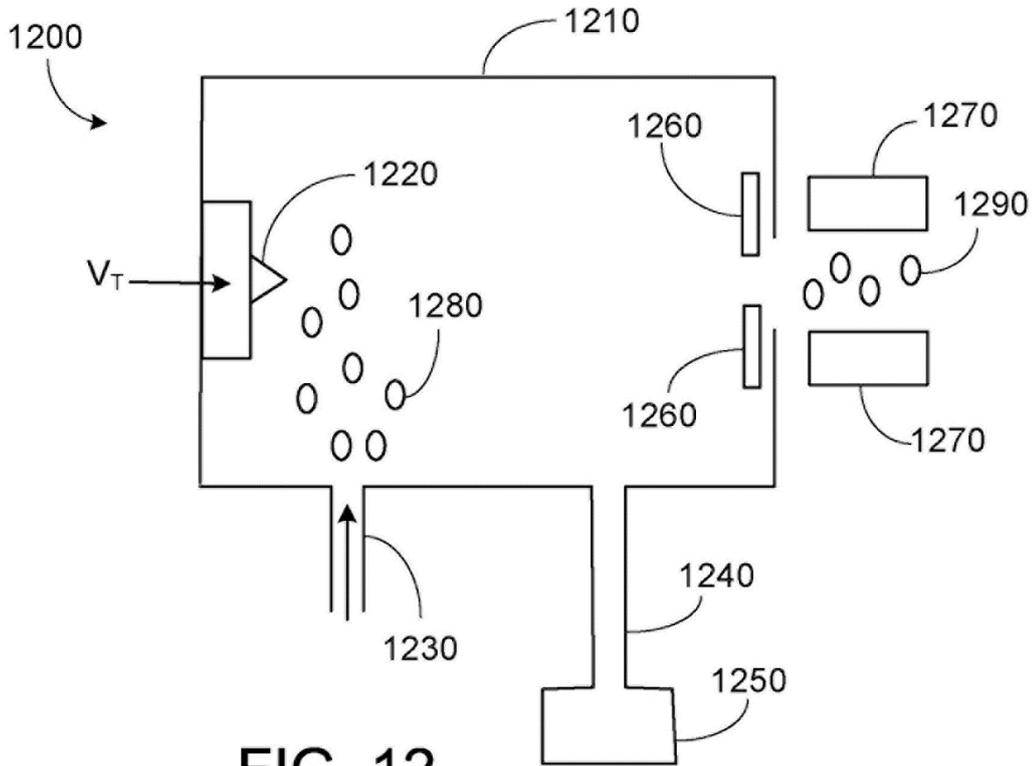


FIG. 12

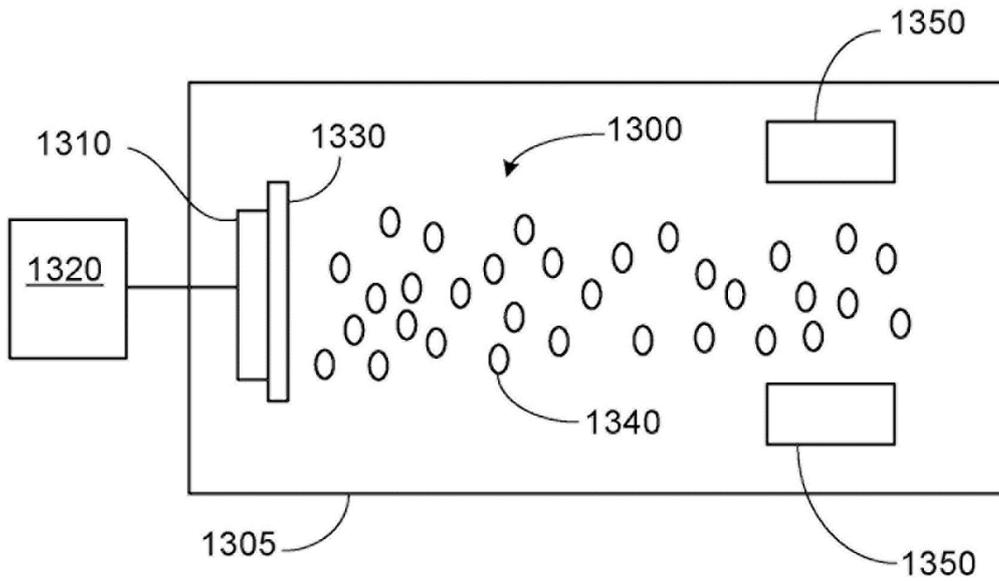


FIG. 13

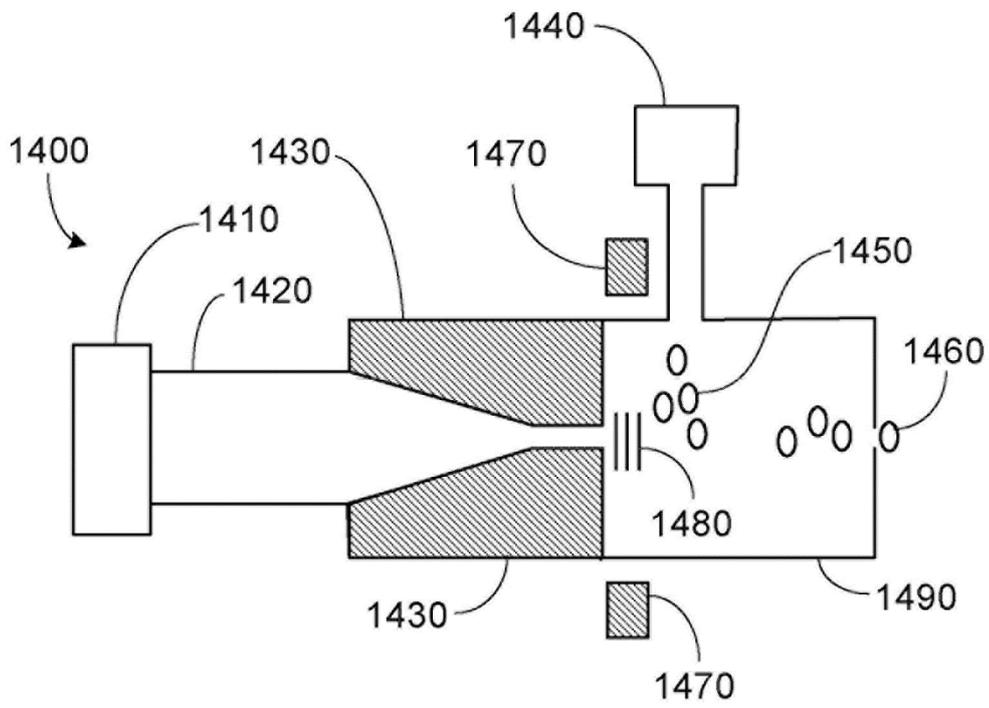


FIG. 14

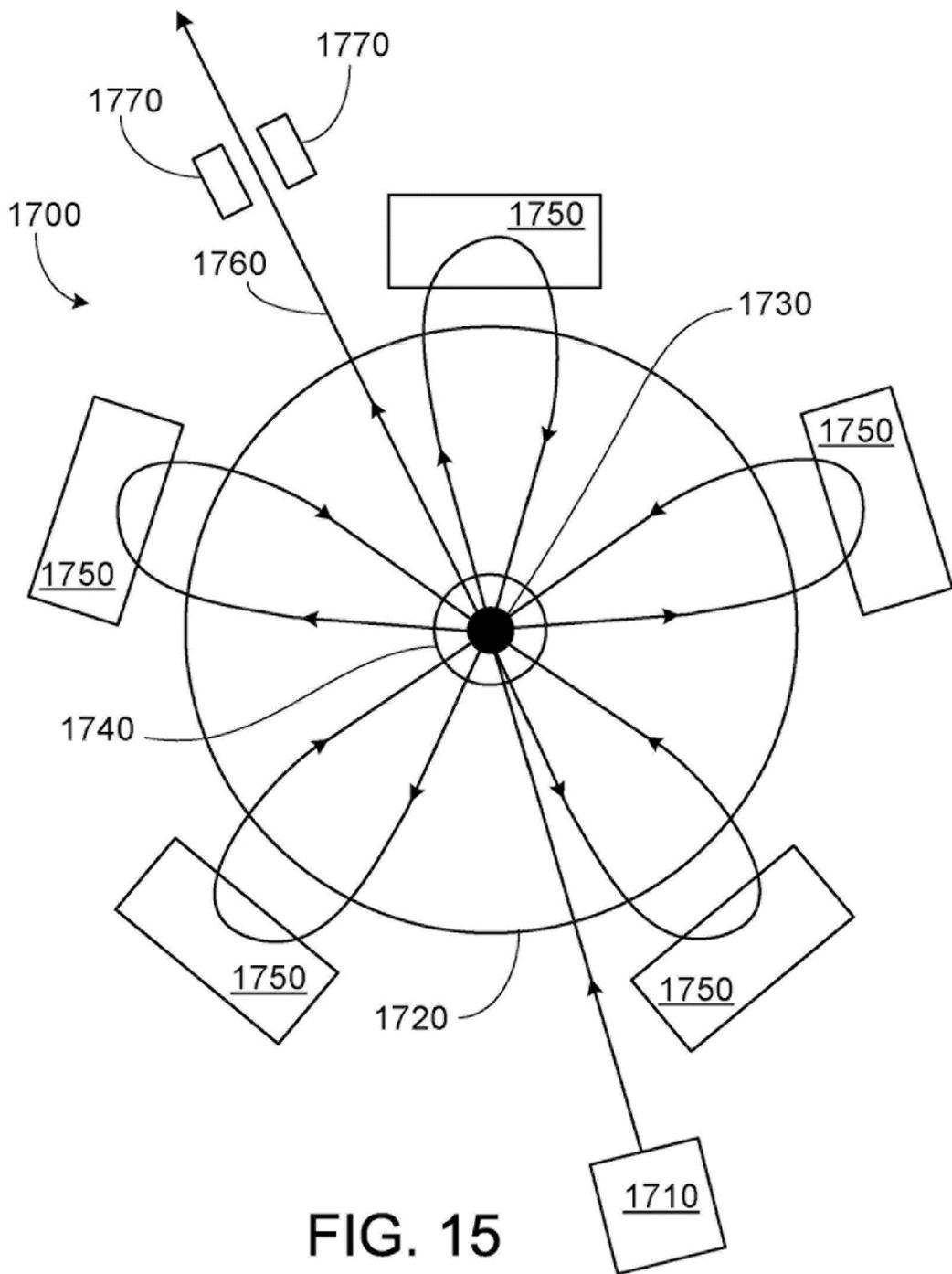


FIG. 15

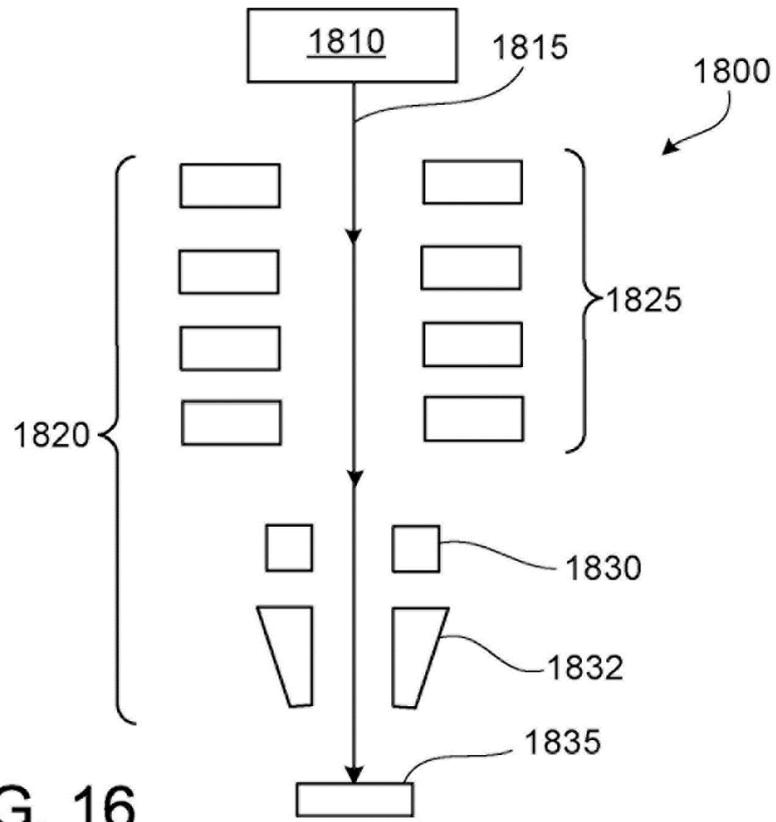


FIG. 16

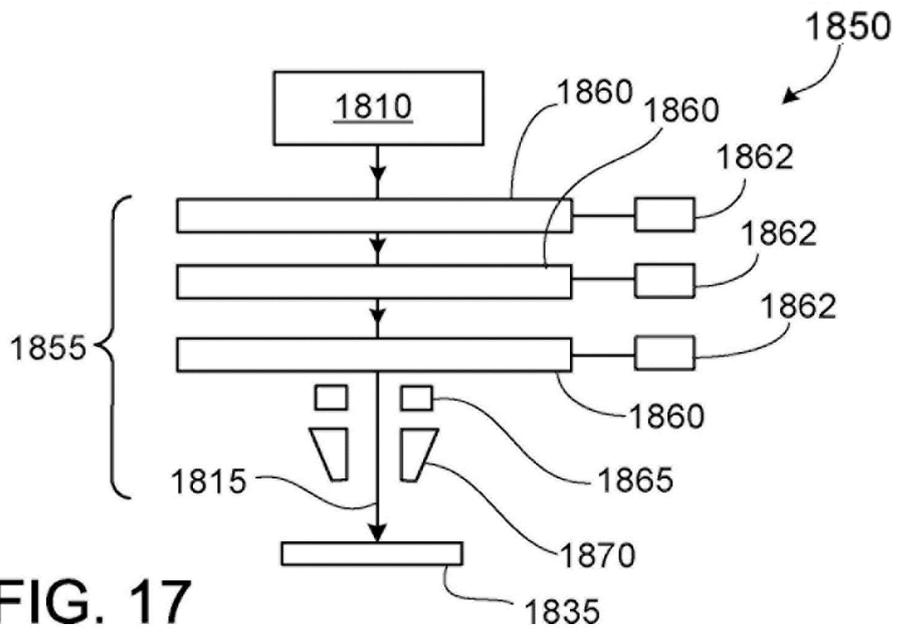


FIG. 17

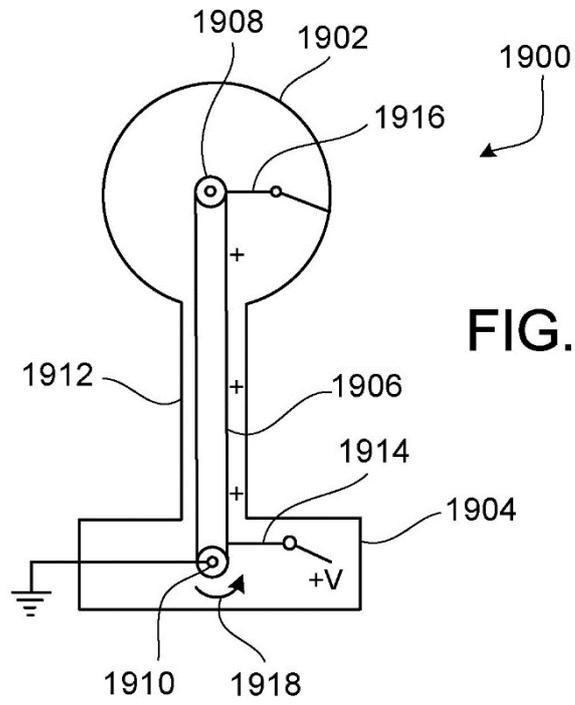


FIG. 18

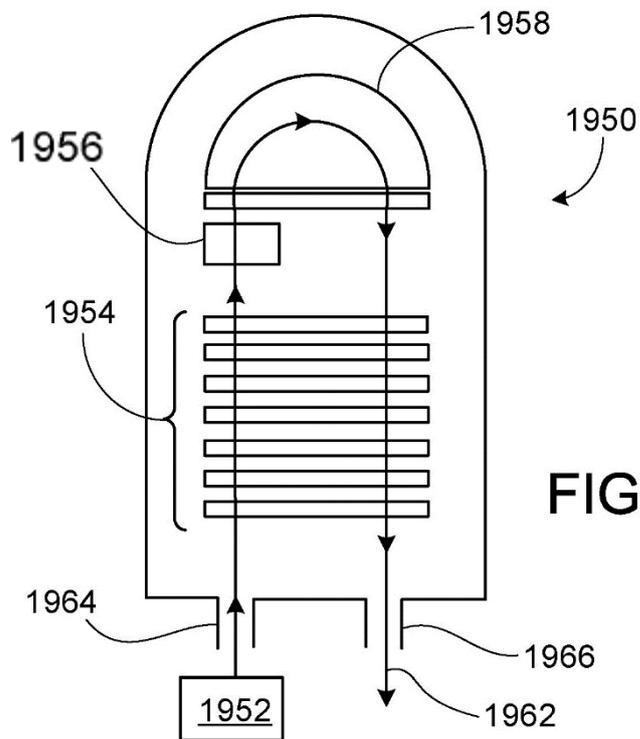


FIG. 19