

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 671 923**

51 Int. Cl.:

D21H 21/02

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.06.2012** **PCT/FI2012/050686**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.01.2013** **WO13001169**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.06.2012** **E 12762662 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.04.2018** **EP 2726673**

54 Título: **Composición fijadora, composición de pasta espesa y proceso para fijar sustancias hidrófobas y/o aniónicas sobre fibras**

30 Prioridad:

30.06.2011 FI 20115690

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

11.06.2018

73 Titular/es:

**KEMIRA OYJ (100.0%)
Porkkalankatu 3
00180 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**KARPPI, ASKO;
LINDBERG, LENITA y
HIETANIEMI, MATTI**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 671 923 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

Composición fijadora, composición de pasta espesa y proceso para fijar sustancias hidrófobas y/o aniónicas sobre fibras

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a una composición fijadora y al proceso para fijar sustancias hidrófobas y/o aniónicas sobre fibras en la fabricación de papel, cartón o similares según los preámbulos de las reivindicaciones adjuntas.

Antecedentes

- 10 La buena fluidez de una máquina de papel es uno de los asuntos claves en la fabricación de papel. Es importante controlar el extremo húmedo de una máquina de papel o cartón para minimizar la cantidad de roturas del tejido y la necesidad de lavar los cierres debido a la acumulación de suciedad en el sistema del proceso.

- 15 Una razón de las roturas de tejido y la acumulación de suciedad es la aglomeración de partículas hidrófobas en la pasta de fabricación de papel y el sistema de agua blanca. Especialmente las pastas de papel que comprenden pulpas mecánicas, tales como pulpa termomecánica (TMP, del inglés "ThermoMechanical Pulp") o pulpa de madera mecánica comprenden altas cantidades de material hidrófobo, el cual se origina a partir de la pez negra. Las sustancias de la pez negra son insolubles en agua y existen en la pasta como coloides o partículas con carga superficial aniónica. Las sustancias típicas en pastas mecánicas son, por ejemplo, ácidos grasos y resina, diferentes esteroides y sus derivados.

- 20 Por otro lado, el desecho revestido, independientemente del origen de la pulpa, puede contener material aniónico hidrófobo, el cual se origina a partir de, por ejemplo, sustancias aglutinantes usadas, tales como el látex. Tal material hidrófobo se denomina "pez blanca". También las pastas de fibra recicladas tales como la pulpa destintada (DIP, del inglés "De-Inked Pulp") y la pulpa de envase corrugado viejo (OCC, del inglés "Old Corrugated Container") pueden contener sustancias hidrófobas, las cuales se aglomeran fácilmente y causan depósitos. Tales sustancias hidrófobas normalmente están basadas en pegamentos y normalmente se denominan adhesivos. Los adhesivos, los cuales
- 25 tienen tamaño de partícula más de aproximadamente 100 µm generalmente se separan de la pasta de manera mecánica, por ejemplo, por tamizado o por flotación. Los adhesivos, los cuales tienen tamaño de partícula menor que aproximadamente 100 µm se denominan microadhesivos y son fuentes potenciales para la aglomeración, depósitos, roturas de tejido y acumulación de suciedad. Los microadhesivos no se separan fácilmente de manera mecánica de la pasta, sino que son necesarias otras medidas.

- 30 El cierre de los sistemas de agua de las máquinas de fabricación de papel y la recirculación incrementada de agua puede incrementar la concentración de sustancias aniónicas hidrófobas y/o adhesivos. La concentración incrementada de estas sustancias puede conducir a un incremento en el tamaño de partícula de las sustancias hidrófobas por aglomeración. La concentración incrementada y el tamaño de partícula incrementado de las sustancias hidrófobas y/o adhesivos pueden causar fácilmente la formación de depósitos sobre las superficies
- 35 calientes en la máquina de fabricación de papel. Las sustancias hidrófobas y/o adhesivos también pueden bloquear los fieltros, de ese modo desciende la velocidad de producción de la máquina de papel. También pueden dar como resultado manchas en el papel o cartón final, conduciendo a inapropiada calidad del producto.

- 40 Se han desarrollado diferentes agentes químicos, normalmente denominados agentes de control de depósito, para evitar o disminuir los efectos indeseados de las sustancias aniónicas hidrófobas en el proceso de fabricación de papel. Los agentes de control de depósito se usan mucho para evitar la formación de depósitos, los cuales pueden causar roturas de tejido y acumulación de suciedad, para mantener la buena fluidez de una máquina de fabricación de papel, y conservar el producto final en el nivel de calidad aceptable.

- 45 Se emplean diversas estrategias químicas en el control de depósito, por ejemplo, el uso de fijadores, agentes dispersantes o agentes anti-mordiente. Los fijadores para el control de depósito de una pasta de fabricación de papel son generalmente sustancias poliméricas que tienen una carga catiónica, es decir, polímeros catiónicos.

- 50 Los polímeros catiónicos reaccionan con coloides y partículas hidrófobas y aniónicas de una manera de formación de complejo de polielectrolito. Los polímeros catiónicos pueden formar aglomerados con sustancias disueltas y coloidales y pegarlos sobre las fibras, cargas y materiales finos en la pasta de papel. Se prefiere una carga catiónica en exceso en el polímero catiónico para fijar el material hidrófobo sobre las fibras después de la formación del complejo de polielectrolito. Este fenómeno se denomina fijación.

- 55 Los polímeros sintéticos catiónicos generalmente se usan como fijadores. Normalmente son polímeros con bajo peso molecular y alta densidad de carga catiónica, tales como los copolímeros de dialquilaminas y epíclorohidrina, cloruro de polidialildimetilamonio (p-DADMAC), polietilenimina y polivinilamina. Los polímeros sintéticos catiónicos, que se usan como agentes de fijación, generalmente se producen a partir de compuestos químicos basados en aceite y materias primas. Normalmente son caros, y no siempre ventajosos ambientalmente.

Polisacáridos catiónicos, tales como almidones catiónicos altos, se usan como fijadores. Los almidones con un promedio de peso molecular (PM) alto generalmente son altamente viscosos, lo cual complica su uso para fines industriales.

5 El documento WO 93/10305 describe un método para reducir la cantidad de sustancias interferentes en la circulación del agua de un proceso que implica suspensiones de fibra basada en madera mediante la unión de las sustancias interferentes a las fibras por medio de almidón catiónico con una densidad de carga de 1,5 a 3,5 meq/g. El almidón se usa solo sin ninguno otro agente fijador.

10 El documento EP 2192228 describe el uso de almidones catiónicos que tienen un grado de sustitución catiónico por encima de 0,2 a 1,0 y un promedio de peso molecular por encima de 30.000.000 Dalton como agente de fijación en la fabricación de papel o cartón.

El documento DE 19713755 describe un método para la fabricación de papel y cartón de alta resistencia en seco añadiendo almidón catiónico, aniónico y/o anfótero como agente de resistencia en seco al material de papel y usando polímeros catiónicos como agentes de retención de almidón.

15 El estado general de la técnica se ha descrito en los siguientes documentos US 2004/112559, US 2004/231816, WO 01/71092, DE 19715832, WO 2011/015297, WO 2009/043971.

Un objetivo de esta invención es minimizar o incluso eliminar las desventajas en la técnica anterior.

Un objetivo de la invención también es proporcionar una composición fijadora que tenga eficacia mejorada y sea simple de usar.

20 Un objetivo adicional de esta invención es proporcionar un proceso para disminuir eficazmente la cantidad de sustancias hidrófobas y/o aniónicas en la pasta para la fabricación de papel o cartón.

Estos objetivos se logran con un método y una disposición que tiene las características presentadas más adelante en las partes de caracterización de las reivindicaciones independientes.

25 La composición fijadora típica según la presente invención para reducir las sustancias hidrófobas y/o aniónicas en la pasta que contienen fibra para la fabricación de papel, cartón o similares, se define en la reivindicación 1. Comprende, entre otros,

- un polímero catiónico sintético, el cual tienen una densidad de carga de 3,0 a 24 meq/g, y
- un almidón no degradado catiónico, el cual tiene una densidad de carga de 0,5 a 3,0 meq/g.

La composición de pasta espesa típica para la fabricación de papel, cartón o similares comprende

- fibras, y
- 30 - una composición fijadora según la presente invención.

El proceso típico según la presente invención para fijar las sustancias hidrófobas y/o aniónicas sobre las fibras en la fabricación de papel, cartón o similares, se describe en la reivindicación 9. Comprende, entre otros,

- obtener una composición de pasta espesa con consistencia >20 g/l, y
- 35 - añadir a la composición de pasta espesa un polímero catiónico sintético, el cual tiene una densidad de carga de 3,0 a 24 meq/g y un almidón no degradado catiónico, el cual tiene una densidad de carga de 0,5 a 3,0 meq/g.

Todas las realizaciones y ventajas descritas se aplican tanto para las composiciones como para el proceso según la presente invención, cuando sea aplicable, incluso si no siempre se indica explícitamente así.

40 Actualmente sorprendentemente se ha encontrado que una adición de polímero catiónico completamente sintético con una alta densidad de carga junto con un almidón no degradado catiónico con alta densidad de carga a la pasta espesa proporciona ventajas sinérgicas inesperadas en comparación con la adición de polímero catiónico o almidón solo. Se ha observado que la fijación de las partículas aniónicas hidrófobas sobre las superficies de la fibra en la pasta de fabricación de papel se aumenta significativamente, más allá de cualquier expectativa, lo cual se basa en el comportamiento de los componentes solos separados de la composición con el mismo nivel de dosis total. Se ha observado que la reducción en la turbidez y/o en la demanda catiónica se mejora drásticamente cuando se usa la composición según la invención, lo cual se podría considerar sorprendente debido a que la densidad de carga de los polímeros completamente sintéticos es mayor que la densidad de carga de los almidones nativos catiónicos o sus mezclas.

50 La presente invención también proporciona ventajas económicas y ambientales, ya que una gran parte del polímero catiónico sintético se puede reemplazar por almidón no degradado catiónico. El almidón catiónico se origina a partir

de fuentes naturales renovables, y es más ecológico que los polímeros catiónicos completamente sintéticos. Además el almidón no degradado catiónico normalmente es menos caro que los polímeros catiónicos sintéticos, y por tanto su uso es económicamente viable.

Los antecedentes teóricos del fenómeno aún no se entienden completamente. Se puede especular, sin deseo de quedar ligado a teoría alguna que las sustancias hidrófobas y/o aniónicas con tamaños de partícula variantes existen en la pasta que contiene fibra. También es posible que exista variación en las densidades de carga superficial de las sustancias hidrófobas y/o aniónicas. La combinación según la presente invención de polímero catiónico completamente sintético y almidón no degradado catiónico prevé la formación mejorada de complejos de polielectrolito con diversas sustancias hidrófobas y/o aniónicas, lo cual conduce, por consiguiente, a eficacia de fijación mejorada. El polímero sintético y el almidón no degradado tienen diferentes tamaños moleculares, diferentes estructuras de cadena principal y diferentes densidades de carga, lo cual permite la interacción eficaz con diversas sustancias hidrófobas y/o aniónicas. El uso de la presente invención disminuye la demanda catiónica de la pasta fibrosa, de ese modo se asume que la composición disminuye la demanda catiónica de la pasta fibrosa más que solamente por neutralización de carga.

En el contexto de la presente solicitud el término "almidón no degradado catiónico" significa almidón que se ha modificado únicamente por cationización. Es no degradado y no reticulado. El almidón no degradado catiónico es de origen natural.

En el contexto de la presente solicitud los términos "fijador" o "agente de fijación" se usan intercambiamente. Indican compuestos o composiciones que causan que pez, sustancias disueltas y coloidales, desperdicios aniónicos o similares, aunque aún en estado disperso fino, se depositen sobre las fibras, cargas y/o materiales finos en el pasta y previenen su acumulación en la suspensión y/o deposición sobre el papel o la maquinaria de la fabricación de papel. La fijación de sustancias hidrófobas y/o aniónicas sobre las fibras no se debería mezclar con la retención o drenaje, los cuales son claramente fenómenos diferentes. La fijación es un proceso básicamente libre de flóculo, es decir, no se observa considerable floculación. En la retención, por otro lado, los compuestos químicos floculantes se usan para unir la carga y los materiales finos a los flóculos, que contienen fibras para retenerlos en el tejido del papel en lugar de dejarlos atravesar la tela metálica de la máquina de papel hasta la circulación de agua. Los compuestos químicos de floculación, los cuales se usan con fines de retención, comprenden carga catiónica o aniónica y generalmente son poliacrilamidas catiónicas de alto peso molecular. Los tamaños moleculares de tales poliacrilamidas son generalmente de 4.000.000 a 20.000.000 Dalton. La densidad de carga de los compuestos químicos de floculación usados en la retención generalmente es baja a moderada, generalmente de 0,4 a 2,5 meq/g, más generalmente 0,8 a 1,8 meq/g.

Según la invención el polímero catiónico sintético y el almidón no degradado catiónico se añadieron a la composición de pasta espesa para mejorar la fijación del material aniónico, tal como pez en pulpas químicas y mecánicas, adhesivos en fibras recicladas y pez blanca en desecho revestido, a las fibras. En el contexto de esta solicitud la pasta espesa se entiende como una pasta fibrosa, la cual tiene consistencia de al menos 20 g/l, preferiblemente más de 25 g/l, más preferiblemente más de 30 g/l. Preferiblemente la adición del polímero catiónico sintético y el almidón no degradado catiónico se localiza después de las dos torres de almacenamiento de pasta, pero antes de que se diluya la pasta espesa en el silo de alambre (silo fuera de la máquina) sin agua blanca de circuito corto.

La composición fijadora comprende 20 a 80 % en peso de polímero catiónico sintético y 20 a 80 % en peso de almidón no degradado catiónico. Según una realización preferida la composición fijadora puede comprender 20 a 70 % en peso de polímero catiónico sintético y 30 a 80 % en peso de almidón no degradado catiónico, o más preferiblemente 30 a 60 % en peso de polímero catiónico sintético y 40 a 70 % en peso de almidón no degradado catiónico. Preferiblemente la cantidad de almidón no degradado catiónico es igual o mayor que la cantidad de polímero catiónico sintético en la composición fijadora. Según una realización de la invención la composición fijadora puede comprender 30 a 50 % en peso de polímero catiónico sintético y 50 a 70 % en peso de almidón no degradado catiónico. Se prefiere una alta porción de almidón no degradado catiónico en la composición por eficacia de coste y razones ambientales.

Según una realización de la invención el polímero catiónico sintético es un copolímero de dialquilamina(s) y epiclorohidrina, tal como un copolímero de dimetilamina y/o dietilamina y epiclorohidrina. El copolímero de dialquilamina(s) y epiclorohidrina puede ser lineal o reticulado. Según otra realización de la invención el polímero catiónico sintético es poli-DADMAC, polietilenimina o polivinilamina. Preferiblemente el polímero catiónico sintético es un copolímero de dimetilamina y epiclorohidrina, o bien lineal o reticulado. El agente reticulante del polímero puede ser alquilendiamina, dialquileno triamina o similares. Más preferiblemente, el polímero catiónico sintético es un copolímero de dimetilamina y epiclorohidrina, reticulado con etilendiamina. Según una realización el polímero catiónico sintético comprende aproximadamente cantidades equimolares de epiclorohidrina y dimetilamina, y 0,2 a 3 % en mol de etilendiamina como agente reticulante.

El polímero catiónico sintético tiene normalmente una densidad de carga de 3 a 23 meq/g, preferiblemente 3 a 10 meq/g, más preferiblemente 4 a 8 meq/g. El polímero catiónico sintético tiene preferiblemente un PM promedio en el intervalo de 20.000 a 1.500.000 Dalton, más preferiblemente 30.000 a 1.000.000 Dalton, lo más preferiblemente 40.000 a 500.000 Dalton.

El almidón no degradado catiónico que se puede usar en la presente invención es cualquier almidón no degradado catiónico que tenga la densidad de carga definida. Los almidones adecuados son, por ejemplo, almidón de patata, arroz, maíz, maíz de cera, trigo, cebada, batata o tapioca, siendo preferido el almidón de patata. Los almidones adecuados preferiblemente tienen un contenido de amilopectina >70 %, preferiblemente >75 %. Un almidón adecuado puede tener, por ejemplo, un contenido de amilopectina de 70 a 100 %, preferiblemente 75 a 98 %. Según una realización de la invención, el almidón tiene un contenido de amilopectina >85 %, generalmente 85 a 100 %, preferiblemente >85 %. Según otra realización de la invención el almidón puede ser almidón botánico convencional, por ejemplo, almidón de patata, con un contenido de amilopectina de 70 a 85 %.

El almidón se puede someter a cationización por cualquier método adecuado. Preferiblemente el almidón se somete a cationización usando cloruro de 2,3-epoxipropiltrimetilamonio o cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio, siendo preferido el cloruro de 2,3-epoxipropiltrimetilamonio. También es posible someter a cationización el almidón usando derivados de acrilamida catiónica, tales como cloruro de (3-acrilamidopropil)-trimetilamonio.

La capacidad de cationización del almidón catiónico se puede definir usando el grado de sustitución (GS) o la densidad de carga (DC).

El grado de sustitución define cómo muchos grupos sustituidos están contenidos en el almidón catiónico, calculado por una unidad de anhidroglucosa de almidón. El grado de sustitución del almidón catiónico, el cual se somete a cationización con cloruro de 2,3-epoxipropiltrimetilamonio, generalmente se calcula usando el contenido de nitrógeno de almidón catiónico seco puro, el cual no contiene ninguna otra fuente de nitrógeno que los grupos de amonio cuaternarios. El contenido de nitrógeno generalmente se determina usando el método Kjeldahl comúnmente conocido. El grado de sustitución del almidón catiónico, el cual se somete a cationización con cloruro de 2,3-epoxipropiltrimetilamonio se puede calcular usando la siguiente ecuación:

$$GS = (162 \times \%N) / (1.400 - (\%N \times 151,6)),$$

en donde 162 es el peso molecular de una unidad de anhidroglucosa (AHG), %N es el valor de nitrógeno en %, 1.400 es el peso molecular del nitrógeno multiplicado por 100 y 151,5 es el peso molecular del cloruro de 2,3-epoxipropiltrimetilamonio.

Según una realización el almidón no degradado catiónico tiene un grado de sustitución, GS, de aproximadamente 0,09 a 0,9, preferiblemente de aproximadamente 0,1 a 0,7, más preferiblemente de aproximadamente 0,13 a 0,5.

La densidad de carga del almidón catiónico también se puede definir por el contenido de nitrógeno del almidón catiónico seco puro, el cual no contiene ninguna otra fuente de nitrógeno que los grupos de amonio cuaternarios. La densidad de carga se calcula usando la ecuación:

$$DC = (\%N \times 10) / 14$$

y el resultado se da como meq/g. La densidad de carga del almidón catiónico depende de la cantidad de peso de los grupos de amonio cuaternarios en el almidón catiónico. Por tanto, por ejemplo, el almidón catiónico que se somete a cationización con cloruro de 2,3-epoxipropiltrimetilamonio y tiene un contenido de nitrógeno de 1,46 % en peso, tiene grado de sustitución de 0,20 y densidad de carga de 1,04 meq/g. Correspondientemente, el almidón catiónico que se somete a cationización con cloruro de glicidilamonio y tiene un contenido de nitrógeno de 2,5 % en peso tiene grado de sustitución de 0,40 y densidad de carga de 1,8 meq/g.

Según una realización preferida de la presente invención el almidón catiónico tiene una densidad de carga de 0,5 a 2,5 meq/g, preferiblemente 0,6 a 2,5 meq/g, más preferiblemente 0,7 a 2,0 meq/g.

Los almidones catiónicos, que se han sometido a cationización con otros agentes de cationización que el cloruro de 2,3-epoxipropiltrimetilamonio, tales como el cloruro de (3-acrilamidopropil)-trimetilamonio, tienen diferentes tasas de conversión entre la densidad de carga y el grado de sustitución que las presentas en los ejemplos de la presente solicitud.

La composición fijadora, que comprende tanto un polímero catiónico sintético como un almidón no degradado catiónico, tiene una densidad de carga total en el intervalo de 2 a 8 meq/g. Según una realización preferible de la presente invención la composición fijadora se prepara mezclando un almidón no degradado catiónico, el cual tiene densidad de carga de 0,5 a 2,0 meq/g, con polímero catiónico sintético, el cual tiene densidad de carga de 4 a 23 meq/g.

Según una realización preferida de la invención el almidón catiónico es almidón, donde al menos el 75 % en peso del material de almidón tiene un peso molecular (PM) promedio por encima de 30.000.000 Dalton, preferiblemente por encima de 40.000.000 Dalton. La cadena principal del almidón preferiblemente no está degradada o reticulada.

Los almidones no degradados catiónicos adecuados se describen, por ejemplo, en el documento EP 2192228. Algunos almidones no degradados catiónicos que tienen propiedades adecuadas también se describen en el

documento GB 2063282, o en el artículo de Hellwig et al.: "Production of Cationic Starch Ethers Using an Improved Dry Process", *Starch/Stärke* 44 (1992)69-74.

La composición fijadora según una realización de la invención tiene generalmente una viscosidad de 200 a 10.000 mPas, preferiblemente 300 a 6.000 mPas, más preferiblemente 400 a 4.000 mPas, medida a 23 °C con el viscosímetro Brookfield RVDV con 100 rpm. El husillo se selecciona según el nivel de viscosidad, el husillo 2 para 100 a 400 mPas, el husillo 3 para 400 a 1.000 mPas, el husillo 4 para 1.000 a 2.000 mPas, el husillo 5 para 2.000 a 4.000 mPas y el husillo 6 para 4.000 a 10.000 mPas. En la práctica, la medida de la viscosidad se lleva a cabo eligiendo el husillo con el número de husillo más bajo de 2 a 7, con el cual se puede medir la viscosidad. Si el husillo elegido es demasiado largo, la medición no da resultados.

La pasta espesa según la presente invención que está destinada a la fabricación de papel, cartón o similares puede comprender cualquier tipo de pulpa química de fibra corta o larga, por ejemplo, pulpas hechas con el proceso de sulfito o sulfato (Kraft).

Según una realización preferida de la invención las fibras se originan a partir de pulpa mecánica, desecho revestido y/o pulpa reciclada. La pulpa mecánica comprende fibras que se originan a partir de la producción de pulpa mecánica, que comprende procesos de producción de pulpa tanto parcial como totalmente mecánicos, tales como producción de pulpa mecánica de muela (SGW, del inglés "Stone Ground Wood"), producción de pulpa termomecánica (TMP, del inglés "ThermoMechanical Pulping"), producción de pulpa quimiatermomecánica (CTMP, del inglés "ChemithermoMechanical Pulping"), producción de pulpa quimiatermomecánica blanqueada (BCTMP, del inglés "Bleached ChemithermoMechanical Pulping") y producción de pulpa mecánica presurizada (PGW, del inglés "Pressurised Ground Wood"). La pulpa reciclada comprende fibras que se originan a partir de papel o producto de cartón resuspendido, tal como papel de desecho no tratado, cualquier tipo de desecho, pulpa de envase corrugado viejo (OCC) o pulpa reciclada destintada (DIP).

Las fibras en la pasta espesa se pueden originar hasta el 100 % en peso a partir de fibras recicladas y/o fibras mecánicas. En algunas realizaciones la pulpa usada en la pasta espesa para la fabricación de papel o cartón puede estar formada enteramente de una o más de las pulpas mecánicas anteriormente mencionadas.

El polímero sintético catiónico y el almidón no degradado catiónico se pueden dosificar o añadir separadamente uno de otro a la composición de pasta espesa. El polímero sintético catiónico y el almidón catiónico se pueden añadir a la pasta espesa simultáneamente pero por separado, o se pueden añadir por separado uno después de otro. Cuando el polímero sintético catiónico y el almidón no degradado catiónico se dosifican o añaden separadamente uno de otro, es posible dosificarlos o añadirlos a flujos separados del material pasta espesa, los cuales después se combinan para formar una composición de pasta espesa única. Por ejemplo, el polímero sintético catiónico se puede añadir al flujo de pulpa de madera mecánica y el almidón no degradado catiónico se puede añadir a la cubeta de mezcla o la cubeta de la máquina, siempre que la consistencia de la pasta espesa sea al menos del 2 %. Según una realización de la invención el polímero catiónico sintético se añade a la pasta espesa antes de añadir el almidón no degradado catiónico a la pasta espesa.

La solución de polímero catiónico sintético se puede mezclar preferiblemente junto con la solución de almidón no degradado catiónico antes de la adición de la composición resultante a la pasta espesa. El almidón no degradado catiónico muestra normalmente un alto valor de viscosidad en forma disuelta, lo cual es problemático para los fines comerciales. Mezclar la solución de almidón no degradado nativo catiónico con la solución de polímero sintético catiónico reduce el valor de la viscosidad, haciendo el manejo y el uso de la mezcla resultante más conveniente.

Preferiblemente, se añade material no particulado a la pasta espesa antes o después de la adición de la composición fijadora o sus constituyentes.

Según una realización de la invención la composición fijadora se puede dosificar a la pasta espesa generalmente en una cantidad de 100 a 1.500 g/tonelada, más generalmente 200 a 1.500 g/tonelada, incluso más generalmente 500 a 1.500 g/tonelada, algunas veces incluso en una cantidad >1.500 g/tonelada.

Todos los valores en porcentaje en esta solicitud, tanto en la descripción como en la parte experimental, se dan en % en peso, si no se indica lo contrario.

Sección experimental

Los siguientes ejemplos no limitantes ilustran algunas realizaciones de la presente invención.

Ejemplo 1

Producción de almidón catiónico alto

El almidón catiónico alto se produce mezclando 23,7 g de producto de cloruro de 2,3-epoxipropiltrimetilamonio (GMAC) acuoso comercial que comprende 72,2 % de cloruro de 2,3-epoxipropiltrimetilamonio y 1,8 % de cloruro de

3-cloro-2-hidroxipropiltrimetilamonio con 89,7 g de agua. Dentro de la solución de GMAC/agua obtenida se añade mezclando 100.0 g de almidón de patata amilopectina nativa al 82 % en peso. La mezcla resultante se enfría a 15 °C en un baño de hielo bajo agitación simultánea con un mezclador mecánico. Se dosifica gota a gota 3,30 g de solución de NaOH al 40 % en peso a la mezcla que comprende almidón, GMAC y agua. Después de la adición de NaOH, la mezcla se calienta a 30 °C y, a continuación, se transfiere a una botella de plástico. La botella se coloca en un agitador de placa y se agita a 30 °C durante 24 h y, a continuación, inmediatamente después a 35 °C durante 72 h. Se obtiene un almidón catiónico alto.

Se toman 10 g del almidón catiónico alto preparado para el análisis de nitrógeno unido. La muestra de almidón se mezcla con 300 ml de etanol acuoso al 90 % en peso y se agita con el agitador Ystral X 1020 durante 20 min, de ese modo se forma un precipitado. El precipitado se recoge por filtración. El precipitado recogido se lava dos veces mezclándolo con 300 ml de etanol al 90 % en peso, agitado con mezclador Ystral durante 20 min. El precipitado lavado se recoge y se seca en un horno a 115 °C durante 4 h. El contenido de nitrógeno del precipitado de almidón lavado se determina por el método Kjeldahl. El contenido de nitrógeno del almidón cationizado lavado y secado es de 1,43 %. La densidad de carga del almidón catiónico es, por tanto, de 1,0 meq/g.

El almidón catiónico alto se disolvió de la siguiente manera:

150 g del almidón catiónico alto obtenido se dosifica continuamente durante 2 h en 200 g de agua bajo mezclado con mezclador Diaf a máxima velocidad. La solución de almidón obtenida se neutraliza con ácido sulfúrico al 25 % en peso a pH 6,8. El contenido de sustancia seca de la solución de almidón catiónico alto disuelta se determina secando una muestra de la solución de almidón de 3,0 g en una copa de aluminio en un horno a 115 °C durante 4 h. El contenido de sustancia seca de la solución de almidón es de 20,9 %. La viscosidad se mide con el viscosímetro Brookfield RVDV II a 23 °C con husillo 6, 100 rpm. El valor de viscosidad es de 5.050 mPas.

Ejemplo 2

Producción de la composición fijadora que comprende almidón catiónico alto y un polímero catiónico sintético

Se usa como material de partida un copolímero comercial de epíclorohidrina y dimetilamina, reticulado con etilendiamina, y que tiene un contenido de sustancia seca de 50,1 %, densidad de carga de 7,3 meq/g, viscosidad de 630 mPas (medida con viscosímetro Brookfield RVDV II, husillo 3, 100 rpm, a 23 °C) y valor de pH de 5,6. 300 g de la solución de almidón catiónico del Ejemplo 1 (contenido de sustancia seca de 20,9 %, densidad de carga de 1,0 meq/g, viscosidad de 5.050 mPas, pH 6,8) se mezcla con 125 g de dicho copolímero comercial y 205 g de agua desionizada bajo agitación con mezclador Diaf durante 30 min con velocidad máxima. A continuación, se obtiene una composición fijadora que contiene 50 % en peso de almidón catiónico y 50 % en peso de polímero catiónico sintético. La composición fijadora obtenida tiene contenido de sustancia seca al 20 %, densidad de carga de 4,1 meq/g, valor de viscosidad de 530 mPas (medido con el viscosímetro Brookfield RVDV II a 23 °C con husillo 3, 100 rpm) y pH 5,7.

Ejemplo 3

Procedimiento general para los ensayos de fijación

La realización técnica de la composición fijadora obtenida en el Ejemplo 2 se ensaya con el ensayo de fijación de pasta espesa. El copolímero de epíclorohidrina y dimetilamina, reticulado con etilendiamina se usa como referencia para el polímero catiónico sintético, el almidón de patata amilopectina catiónico en el Ejemplo 1 se usa como referencia para el almidón catiónico.

El ensayo de fijación se hace según el siguiente procedimiento:

La pasta de ensayo es una pasta espesa con consistencia de al menos 30 g/l. Si la consistencia de la pasta espesa original es tan alta que no es posible un manejo viable, tal como mezclado, entonces la pasta se diluye a una consistencia mínima de 30 g/l con filtrado de agua de proceso claro a partir de la pasta. La temperatura en los ensayos de fijación es de 45 °C.

Los compuestos químicos a ensayar, es decir, la composición fijadora según la presente invención, almidón de referencia y polímero de referencia se dosifican en la pasta espesa. Todos los compuestos químicos usados se diluyen primero a una concentración de 0,05 % en peso. Se colocan 100 g de muestra de pasta espesa en un matraz, para cada compuesto químico a ensayar. La muestra de pasta espesa se agita con 500 rpm con agitador mecánico. El compuesto químico diluido se añade a la muestra de pasta espesa y la agitación se continua durante 15 segundos. A continuación, la pasta se deja filtrar a través de un papel de filtro (Whatman 589/1 banda negra) por gravedad hasta que no se drena filtrado. Se recoge el filtrado. La turbidez y la densidad de carga se miden a partir del filtrado. Se calculan los cambios de turbidez y densidad de carga en comparación con el valor de la pasta de referencia no tratada.

Ensayo de fijación 1: Usando desecho revestido como pasta de ensayo

La pasta de ensayo en el ensayo de fijación 1 es desecho revestido. Los parámetros del desecho revestido, antes de ninguna adición de compuestos químicos de fijación, son los siguientes:

Consistencia: 49,1 g/l

Contenido de cenizas de pulpa seca: 36,0 %

5 Potencial Zeta: -20,5 mV

Conductividad: 2,23 mS/cm

pH: 7,4

Densidad de carga del filtrado: -190,9 µeq/l

Turbidez del filtrado: 5837 NTU

10 Los parámetros de la pasta de ensayo se determinan usando los siguientes métodos y dispositivos:

Consistencia: estándar internacional ISO 4119:1995

Contenido de cenizas: estándar internacional ISO 1762:2001

Potencial zeta: aparato de sistema potencial zeta Mutek SZP-06 de BTG

Conductividad: medidor de conductividad Knick, modelo 911 Cond.

15 Densidad de carga: detector de carga de partícula Mutek PDC 04 de BTG equipado con titulador Mettler DL 25 , usando poli-DADMAC 0,001 N como polímero titulante, suministrado por BTG.

Turbidez: medidor de turbidez WTW Turb 555 IR.

La pasta espesa se usa como tal sin ninguna dilución. Los compuestos químicos en el ensayo son:

1. Almidón catiónico alto del Ejemplo 1, llamado "HCS" (del inglés "High Cationic Starch")

20 2. Copolímero sintético comercial, usado en el Ejemplo 2, llamado "Poliamina

3. Composición fijadora preparada en el Ejemplo 2, que comprende tanto almidón catiónico alto como polímero catiónico sintético llamada "FC" (del inglés "Fixative Composition")

Los resultados del ensayo de fijación se presentan en la Tabla 1. Los valores de dosis se dan como dosis de compuesto químico activo.

25 Tabla 1. Resultados del ensayo de fijación para desecho revestido

Compuesto químico fijador	Dosis, g/t pulpa	Reducción de turbidez, %	Incremento de densidad de carga, %
HCS	400	9	12
HCS	800	61	32
HCS	1.600	95	43
Poliamina	400	60	20
Poliamina	800	93	41
Poliamina	1.600	99	54
FC	400	90	29
FC	800	99	41
FC	1.600	100	68

Se puede observar que la composición fijadora da claramente mejores resultados que o bien el almidón catiónico o el polímero catiónico sintético solo, cuando se usan separadamente uno de otro. Se debería recordar que la

composición fijadora ("FC") es mezcla 50/50 de almidón catiónico alto y polímero catiónico sintético. Por tanto, por ejemplo, a nivel de dosis de 400 g/(tonelada de pulpa) la mezcla comprende 200 g/(tonelada de pulpa) de almidón catiónico alto y 200 g/(tonelada de pulpa) de polímero catiónico sintético. A partir de la Tabla 1 se puede ver que los resultados obtenidos usando la composición fijadora ("FC") según la presente invención son mucho mejores que los resultados que se obtienen usando dosis separadas mayores de almidón catiónico o polímero catiónico.

Los valores teóricos de la reducción de la turbidez y el incremento de la densidad de carga se pueden calcular por evaluación de la reducción de la turbidez y el incremento de la densidad de carga esperados basándose en las actuaciones separadas del almidón catiónico alto y el polímero catiónico sintético. Este valor teórico se calcula añadiendo juntos los valores de reducción de turbidez separados obtenidos en cierta dosis de almidón catiónico alto ("HSC") y a la misma dosis de polímero catiónico sintético ("Poliamina"). A continuación, esta suma se divide entre 2 para tener en cuenta la cantidad de dosis apropiada, y se obtiene el valor esperado teórico. Estos valores teóricos se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Valores teóricos calculados para la reducción en la turbidez y el incremento de la densidad de carga para desecho revestido.

Compuesto químico fijador	Dosis, g/t pulpa	Reducción de turbidez, %	Incremento de densidad de carga, %
(HCS+Poliamina)/2	400	34	16
(HCS+Poliamina)/2	800	77	36
(HCS+Poliamina)/2	1.600	97	49

Los valores teóricos calculados describen el efecto que se puede esperar que se alcance por dosis de tanto almidón catiónico como polímero catiónico sin ningún efecto sinérgico. Si estos valores teóricos se comparan con los valores reales a los mismos niveles de dosis, los cuales se obtienen usando la composición fijadora "FC" y se muestran en la Tabla 1, el efecto sinérgico que se obtiene por la presente invención es claramente observable. La composición fijadora ("FC") reduce la turbidez e incrementa la densidad de carga del filtrado de manera eficaz.

Ensayo de fijación 2: Usando la pulpa destintada (DIP) como pasta de ensayo

La pasta de ensayo en el ensayo de fijación 2 es pulpa destintada. La pasta se diluye a consistencia adecuada con un filtrado claro de la pasta. Los parámetros de la pulpa destintada diluida, antes de ninguna adición de compuestos químicos de fijación, son los siguientes:

Consistencia: 30,5 g/l

Contenido de cenizas de pulpa seca: 15,4 %

Potencial zeta: -18,0 mV

Conductividad: 1,89 mS/cm

pH: 7,7

Densidad de carga del filtrado: -141,5 µeq/l

Turbidez del filtrado: 2525 NTU

Se usan los mismos estándares y dispositivos de ensayo que en el ensayo de fijación 1.

Los compuestos químicos son los mismos que en el ensayo de fijación 1:

1. Almidón catiónico alto del Ejemplo 1, llamado "HCS"
2. Copolímero sintético comercial, usado en el Ejemplo 2, llamado "Poliamina"
3. Composición fijadora preparada en el Ejemplo 2, que comprende tanto almidón catiónico alto como polímero catiónico sintético llamada "FC"

Los resultados del ensayo de fijación 2 se presentan en la Tabla 3. Los valores de dosis se dan como dosis de compuesto químico activo.

Tabla 3. Resultados del ensayo de fijación para pulpa destintada

Compuesto químico fijador	Dosis, g/t pulpa	Reducción de turbidez, %	Incremento de densidad de carga, %
HCS	200	8	17
HCS	400	22	22
HCS	800	54	38
Poliamina	200	74	39
Poliamina	400	92	56
Poliamina	800	98	69
FC	200	62	29
FC	400	81	45
FC	800	95	54

A partir de la Tabla 3 se puede observar que usando la composición fijadora ("FC") según la presente invención es posible conseguir similares valores de reducción de la turbidez e incremento de la densidad de carga que usando el

5

polímero catiónico sintético solo a dosis doble.

Como en el ensayo de fijación 1, los valores teóricos del descenso de la turbidez y el incremento de la densidad de carga se calculan de la misma manera. Estos valores teóricos se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4. Valores teóricos calculados para la reducción en la turbidez y el incremento de la densidad de carga para pulpa destintada.

Compuesto químico fijador	Dosis, g/t pulpa	Reducción de turbidez, %	Incremento de densidad de carga, %
(HCS+Poliamina)/2	200	41	28
(HCS+Poliamina)/2	400	57	39
(HCS+Poliamina)/2	800	76	53

10

Cuando los valores teóricos en la Tabla 4 se comparan con los valores reales a los mismos niveles de dosis, los cuales se obtienen usando la composición fijadora ("FC") y se muestran en la Tabla 3, el efecto sinérgico que se obtiene por la presente invención es de nuevo claramente observable. La composición fijadora ("FC") reduce la turbidez e incrementa la densidad de carga del filtrado de manera eficaz.

15 Ensayo de fijación 3: Usando pulpa termomecánica (TMP) como pasta de ensayo

La pasta de ensayo en el ensayo de fijación 3 es pulpa termomecánica. La pasta se diluye a consistencia adecuada con un filtrado claro de la pasta. Los parámetros de la pulpa termomecánica diluida, antes de ninguna adición de compuestos químicos de fijación, son los siguientes:

Consistencia: 31,0 g/l

20 Contenido de cenizas de pulpa seca: 7,4 %

Potencial zeta: -14,5 mV

Conductividad: 1,12 mS/cm

pH: 5,2

Densidad de carga del filtrado: -225,4 µeq/l

25 Turbidez del filtrado: 548 NTU

Se usan los mismos estándares y dispositivos de ensayo que en los ensayos de fijación 1 y 2.

Los compuestos químicos son los mismos que en el ensayo de fijación 1 y 2:

1. Almidón catiónico alto del Ejemplo 1, llamado "HCS"
2. Copolímero sintético comercial, usado en el Ejemplo 2, llamado "Poliamina"
- 5 3. Composición fijadora preparada en el Ejemplo 2, que comprende tanto almidón catiónico alto como polímero catiónico sintético llamada "FC"

Los resultados del ensayo de fijación 3 se presentan en la Tabla 5. Los valores de dosis se dan como dosis de compuesto químico activo.

Tabla 5. Resultados del ensayo de fijación para pulpa termomecánica.

Compuesto químico fijador	Dosis, g/t pulpa	Reducción de turbidez, %	Incremento de densidad de carga, %
HCS	200	34	5
HCS	400	56	13
HCS	800	81	21
HCS	1.600	98	19
Poliamina	200	28	14
Poliamina	400	63	25
Poliamina	800	89	36
Poliamina	1.600	97	56
FC	200	39	16
FC	400	64	21
FC	800	88	33
FC	1.600	98	54

10

Se puede observar que la composición fijadora da resultados claramente mejores que o bien el almidón catiónico o el polímero catiónico sintético solo, cuando se usan separadamente uno de otro. Los resultados obtenidos usando la composición fijadora ("FC") según la presente invención son generalmente mejores que los resultados que se obtienen usando dosis separadas mayores de almidón catiónico o polímero catiónico.

- 15 Como en los ensayos de fijación 1 y 2, los valores teóricos del descenso de la turbidez y el incremento de la densidad de carga se calculan de la misma manera. Estos valores teóricos se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6. Valores teóricos calculados para la reducción en la turbidez y el incremento de la densidad de carga para pulpa termomecánica.

Compuesto químico fijador	Dosis, g/t pulpa	Reducción de turbidez, %	Incremento de densidad de carga, %
(HCS+Poliamina)/2	200	31	10
(HCS+Poliamina)/2	400	60	19
(HCS+Poliamina)/2	800	85	28
(HCS+Poliamina)/2	1.600	98	38

Quando los valores teóricos en la Tabla 6 se comparan con los valores reales a los mismos niveles de dosis, los cuales se obtienen usando la composición fijadora ("FC") y se muestran en la Tabla 5, el efecto sinérgico que se obtiene por la presente invención es de nuevo claramente observable. La composición fijadora ("FC") reduce la turbidez e incrementa la densidad de carga del filtrado de manera eficaz.

5 Ejemplo 4

Producción de la composición fijadora 2 (FC2) que comprende almidón catiónico alto y un polímero catiónico sintético

El almidón de patata catiónico convencional, el cual tiene contenido de nitrógeno unido de 1,56 %, es decir, que tiene un grado de sustitución, GS, de 0,22 y contenido de sustancia seca de 89,8 % se disuelve en agua usando el siguiente procedimiento:

se coloca 1.555 g de agua desionizada en un reactor equipado con una chaqueta de calentamiento y agitador Diaf mecánico y se calienta hasta 90 °C. 445 g de almidón de patata catiónico se dosifica continuamente durante 60 min en agua, mientras se mezcla con 1.500 rpm. Después de la dosis del almidón, la mezcla se mezcla durante otros 30 min. La cantidad de agua evaporada se reemplaza con agua desionizada. La solución se mezcla más durante 2 min con molino de laboratorio de dispersión a alta velocidad rotor-estátor Kady LT 2000, usando aproximadamente 60 % de la velocidad máxima a la temperatura de aproximadamente 95 a 100 °C. El agua evaporada se reemplaza con agua desionizada. La solución se enfría a temperatura ambiente. La solución tiene contenido de sólidos secos de 20,0 %, viscosidad de 4.450 mPas y pH 6,5.

La composición fijadora 2 se obtiene mezclando 200 g de esta solución de almidón de patata catiónico disuelto con 119,5 g de agua desionizada y 80,5 g de copolímero comercial de epíclorohidrina y dimetilamina, reticulado con etilendiamina, que tiene contenido de sustancia seca de 49,7 %; viscosidad de 770 mPas; pH 4,9; densidad de carga de 7,2 meq/g de producto seco, determinada por Mutek a pH 3; y. La mezcla se mezcla durante 15 min a temperatura ambiente con mezclador Diaf por 1.500 rpm. El agua evaporada se reemplaza con agua desionizada. La solución obtenida de la composición fijadora 2 tiene el contenido de sustancia seca de 20,0 %; viscosidad de 510 mPas, medida con viscosímetro Brookfield DV I+, equipado con SSA con husillo 18, velocidad de rotación 6 rpm; y pH 5,3.

Ensayo de fijación A: Usando pulpa termomecánica (TMP) como pasta de ensayo

La pasta de ensayo en el ensayo de fijación A es pulpa termomecánica. Los parámetros de la pulpa termomecánica diluida, antes de ninguna adición de compuestos químicos de fijación, son los siguientes:

Consistencia: 25,4 g/l

Contenido de cenizas de pulpa seca: 0,7 %

Potencial zeta: -10,3 mV

Conductividad: 0,87 mS/cm

pH: 7,6

Densidad de carga del filtrado: -337,9 µeq/l

Turbidez del filtrado: 317 NTU

Se usan los mismos estándares y dispositivos de ensayo que en el ensayo de fijación 1.

Los compuestos químicos en el ensayo son:

1. Poli-DADMAC comercial

2. Copolímero sintético comercial, usado en el Ejemplo 2, llamado "Poliamina"

3. Copolímero sintético comercial polietilenimina, llamado "PEI"

4. Composición fijadora 2, que comprende tanto almidón catiónico alto como polímero catiónico sintético llamada "FC2"

Tabla 7. Resultados del ensayo de fijación para pulpa termomecánica.

Compuesto químico fijador	Dosis, g/t pulpa	Reducción de turbidez, %	Incremento de densidad de carga, %
p-DADMAC	100	5	5
p-DADMAC	200	9	11
p-DADMAC	400	32	20
Poliamina	100	3	1
Poliamina	200	7	11
Poliamina	400	21	16
PEI	100	1	0
PEI	200	3	7
PEI	400	8	13
FC2	100	12	3
FC2	200	27	-1
FC2	400	51	9

Los resultados en la Tabla 7 muestran que la composición fijadora 2 ("FC2"), la cual contiene almidón de patata catiónico alto con GS 0,22 como sustancia de almidón catiónico disminuye la turbidez de TMP eficazmente en comparación con poli-DADMAC, poliamina y polietilenimina.

Ensayo de fijación B: Usando desecho revestido como pasta de ensayo

La pasta de ensayo en el ensayo de fijación B es un desecho revestido. Los parámetros del desecho revestido, antes de ninguna adición de compuestos químicos de fijación, son los siguientes:

Consistencia: 19,6 g/l

Contenido de cenizas de pulpa seca: 5,1 %

Potencial zeta: -12,8 mV

Conductividad: 2,0 mS/cm

pH: 8,0

Densidad de carga del filtrado: -42 µeq/l

Turbidez del filtrado: 94 NTU

Se usan los mismos estándares y dispositivos de ensayo que en el ensayo de fijación 1.

Los compuestos químicos en el ensayo son:

1. Poli-DADMAC comercial, lo mismo que en el ensayo de fijación A
2. Copolímero sintético comercial, usado en el Ejemplo 2, llamado "Poliamina"
3. Composición fijadora 2, que comprende tanto almidón catiónico alto como polímero catiónico sintético llamada "FC2"

Tabla 8. Resultados del ensayo de fijación para desecho revestido

Compuesto químico fijador	Dosis, g/t pulpa	Reducción de turbidez, %	Incremento de densidad de carga, %
Poliamina	100	40	29
Poliamina	200	57	39
Poliamina	400	69	47
FC2	100	46	16
FC2	200	61	13
FC2	400	77	33
p-DADMAC	100	45	32
p-DADMAC	200	60	38
p-DADMAC	400	75	55

Los resultados en la Tabla 8 muestran que la composición fijadora 2 ("FC2"), la cual contiene almidón de patata catiónico alto con GS 0,22, como sustancia de almidón catiónico disminuye la turbidez del desecho revestido mejor que la poliamina y al menos tan bien como poli-DADMAC.

Ejemplo 5

Producción de la composición fijadora 3 (FC3) que comprende almidón catiónico alto y un polímero catiónico sintético

El almidón de patata catiónico convencional, que tiene contenido de nitrógeno unido de 1,19 %, es decir, que tiene un grado de sustitución, GS, 0,16, y contenido de sustancia seca de 83,0 % se disuelve en agua de una manera similar que la anterior composición fijadora 2. La solución almidón se hace usando 1.518 g de agua desionizada y 482 g de almidón.

La composición fijadora 3 se obtiene mediante la mezcla de 200 g de esta solución de almidón y 119,5 g de agua desionizada y 80,5 g de copolímero comercial de epíclorohidrina y dimetilamina, reticulado con etilendiamina, que se usó también para la composición fijadora 2. La solución obtenida de la composición fijadora 3 tiene contenido de sustancia seca de 20,0 %; viscosidad de 590 mPas, medida con viscosímetro Brookfield DV I+, equipado con SSA con husillo 18, velocidad de rotación 6 rpm; y pH 5,3.

Ensayo de fijación C: Usando pulpa termomecánica (TMP) como pasta de ensayo

La pasta de ensayo en el ensayo de fijación C es una pulpa termomecánica. Los parámetros de la pulpa termomecánica, antes de ninguna adición de compuestos químicos de fijación, son los siguientes:

Consistencia: 21,8 g/l

Contenido de cenizas de pulpa seca: 1,25 %

Potencial zeta: -15,5 mV

Conductividad: 3,33 mS/cm

pH: 7,8

Densidad de carga del filtrado: -681,9 µeq/l

Turbidez del filtrado: 296 NTU

Se usan los mismos estándares y dispositivos de ensayo que en el ensayo de fijación 1.

Los compuestos químicos en el ensayo son:

1. Copolímero sintético comercial, usado en el Ejemplo 2, llamado "Poliamina"

2. Composición fijadora 3, que comprende tanto almidón catiónico alto como polímero catiónico sintético llamada "FC3"

Tabla 9. Resultados del ensayo de fijación para pulpa termomecánica

Compuesto químico fijador	Dosis, g/t pulpa	Reducción de turbidez, %	Incremento de densidad de carga, %
FC3	200	30	-5
FC3	400	45	10
FC3	800	73	18
Poliamina	200	12	3
Poliamina	400	24	12
Poliamina	800	47	18

- 5 Los resultados en la Tabla 9 muestran que la composición fijadora 3 ("FC3"), la cual contiene almidón de patata catiónico alto con GS 0,16 como sustancia de almidón catiónico disminuye la turbidez más eficazmente que la poliamina. El impacto sobre la densidad de carga de la pulpa es similar.

REIVINDICACIONES

1. Una composición fijadora para la fabricación de papel, cartón o similares, adecuada para reducir sustancias hidrófobas y/o aniónicas en pasta que contiene fibra, cuya composición fijadora comprende:
 - 20 a 80 % en peso de un polímero catiónico sintético, el cual es un copolímero de dialquilamina(s) y epíclorohidrina, poli-DADMAC, polietilenimina o polivinilamina, y tiene una densidad de carga de 3,0 a 24 meq/g, y
 - 20 a 80 % en peso de un almidón no degradado catiónico, el cual tiene una densidad de carga de 0,5 a 3,0 meq/g,teniendo la composición una densidad de carga total en el intervalo de 2 a 8 meq/g.
2. Composición fijadora según la reivindicación 1, caracterizada por que comprende 20 a 70 % en peso de polímero catiónico sintético y 30 a 80 % en peso de almidón no degradado catiónico; más preferiblemente 30 a 60 % en peso de polímero catiónico sintético y 40 a 70 % en peso de almidón no degradado catiónico.
3. Composición fijadora según la reivindicación 1, caracterizada por que el polímero catiónico sintético es un copolímero lineal o reticulado de dialquilamina(s) y epíclorohidrina, tal como un copolímero de dimetilamina y/o dietilamina y epíclorohidrina.
4. Composición fijadora según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que el polímero catiónico sintético tiene una densidad de carga de 3 a 23 meq/g, preferiblemente 3 a 10 meq/g, más preferiblemente 4 a 8 meq/g.
5. Composición fijadora según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que el polímero catiónico sintético tiene un peso molecular promedio, PM, en el intervalo de 20.000 a 1.500.000 Dalton, preferiblemente 30.000 a 1.000.000 Dalton, más preferiblemente 40.000 a 500.000 Dalton.
6. Composición fijadora según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, caracterizada por que el almidón no degradado catiónico tiene densidad de carga de 0,5 a 2,5 meq/g, preferiblemente 0,6 a 2,5 meq/g, más preferiblemente 0,7 a 2,0 meq/g.
7. Composición fijadora según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, caracterizada por que el almidón no degradado catiónico tiene un grado de sustitución, GS, de aproximadamente 0,09 a 0,9, preferiblemente de aproximadamente 0,1 a 0,7, más preferiblemente de aproximadamente 0,13 a 0,5.
8. Uso de una composición fijadora según las reivindicaciones 1 a 7 para fijar sustancias hidrófobas y/o aniónicas depositándolas sobre las fibras, cargas y/o materiales finos en la pasta.
9. Un proceso para la fabricación de papel, cartón o similares, que comprende
 - obtener una composición de pasta espesa con consistencia >20 g/l,caracterizado por
 - añadir a la pasta espesa una composición fijadora, que comprende 20 a 80 % en peso de un polímero catiónico sintético, el cual es un copolímero de dialquilamina(s) y epíclorohidrina, poli-DADMAC, polietilenimina o polivinilamina y tiene una densidad de carga de 3,0 a 24 meq/g, y 20 a 80 % en peso de un almidón no degradado catiónico, el cual tiene una densidad de carga de 0,5 a 3,0 meq/g, teniendo la composición una densidad de carga total en el intervalo de 2 a 8 meq/g, yfijando de ese modo las sustancias hidrófobas y/o aniónicas sobre las fibras al depositarlas sobre las fibras, cargas y/o materiales finos en la pasta.
10. Un proceso según la reivindicación 9, caracterizado por añadir polímero sintético catiónico y almidón no degradado catiónico separadamente uno de otro a la composición de pasta espesa, o bien simultáneamente o uno después de otro.
11. Un proceso según la reivindicación 10, caracterizado por añadir el polímero sintético catiónico y el almidón no degradado catiónico separadamente uno de otro a flujos separados del material de pasta espesa, después de lo cual combinar los flujos de pasta espesa separados con una composición de pasta espesa única.
12. Un proceso según la reivindicación 10, caracterizado por añadir el polímero catiónico sintético a la pasta espesa antes de añadir el almidón no degradado catiónico a la pasta espesa.
13. Un proceso según la reivindicación 9, caracterizado por mezclar la solución de polímero catiónico sintético junto con solución de almidón no degradado catiónico antes de la adición a la pasta espesa.

14. Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, caracterizado por añadir el polímero catiónico sintético y el almidón no degradado catiónico después de las torres de almacenamiento de pasta, pero antes de la dilución de la pasta espesa en el silo de alambre.