

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 675 994**

51 Int. Cl.:

D21C 5/02 (2006.01)

D21C 9/08 (2006.01)

D21H 17/13 (2006.01)

D21H 17/59 (2006.01)

D21C 3/00 (2006.01)

D21C 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.10.2015 PCT/EP2015/073874**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.04.2016 WO16059153**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.10.2015 E 15805108 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.06.2018 EP 3207175**

54 Título: **Un método para controlar la deposición de adherencias en procesos de fabricación de pasta y de papel**

30 Prioridad:
15.10.2014 GB 201418288

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.07.2018

73 Titular/es:
**NOPCO PAPER TECHNOLOGY GMBH (100.0%)
Marbacher Str. 114
40597 Dusseldorf, DE**

72 Inventor/es:
**BLASING, BIRGIT;
FRIDRISCHAK, SIEGMUND;
NELLESSEN, BERNHARD y
SCHENKER, ACHIM**

74 Agente/Representante:
SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 675 994 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

Un método para controlar la deposición de adherencias en procesos de fabricación de pasta y de papel.

- 5 **[0001]** La presente invención se refiere a un método para controlar la deposición de adherencias en procesos de fabricación de pasta y de papel.
- [0002]** Son bien conocidos los problemas asociados con la formación de depósitos pegajosos, que comprenden tanto componentes inorgánicos como orgánicos, en los procesos de fabricación de papel y de pasta. "Brea", "adherencias" y "brea blanca" son términos comúnmente usados para materiales hidrofóbicos pegajosos producidos durante estos procesos, que se adhieren a las superficies y se acumulan como añadidos en la maquinaria.
- 10 **[0003]** En los procesos de fabricación de pasta que utilizan fibras vírgenes, "brea" normalmente se refiere a materiales hidrofóbicos de resina natural, incluidos ácidos grasos, ésteres y esteroides, derivados de las materias primas naturales, con mayor frecuencia madera. La brea es especialmente prevalente en los grados mecánicos de la pasta a menudo utilizados en papel reciclado, donde se degrada hidrolíticamente y saponifica en menor medida en comparación con el proceso kraft alcalino para la fabricación de pasta química.
- 15 **[0004]** El papel también puede fabricarse a partir de fibras recicladas recuperadas de papel usado. En el reciclado de papel, tanto la brea natural como los materiales sintéticos, tales como polímeros y aglutinantes utilizados en papel, el recubrimiento de papel y tintas de impresión, pueden formar tales materiales pegajosos. En las industrias de reciclaje, estos polímeros sintéticos a menudo se denominan "adherencias" o "brea blanca".
- 20 **[0005]** En aras de la brevedad, a partir de ahora todos estos materiales adhesivos hidrofóbicos se denominarán colectivamente "adherencias". También por brevedad, en lo sucesivo, la "fabricación de papel" se utilizará para referirse tanto a la fabricación de papel a partir de fibras vírgenes y fibras recicladas.
- 25 **[0006]** Las adherencias tienden a formar añadidos y adherirse a las superficies de la maquinaria, creando problemas de procesamiento y degradación de la calidad del producto final. Los depósitos pegajosos en las superficies, la obstrucción de las pantallas y los filtros que obstaculizan el paso y el drenaje del agua, y los depósitos en los cilindros y los rodillos son problemas frecuentes y bien conocidos en esta industria. La unión de adherencias a las superficies reduce la eficacia y la eficiencia del proceso de fabricación y da como resultado interrupciones y tiempos de inactividad para la limpieza de maquinaria, lo cual tiene un impacto económico negativo. La unión de las adherencias a las superficies también puede dar como resultado una reducción en la calidad del producto.
- 30 **[0007]** Se han publicado varias técnicas como posibles métodos para reducir el impacto de los depósitos pegajosos. Sin embargo, solo algunas de estas técnicas se han establecido en el uso común en la fabricación a gran escala.
- 35 **[0008]** Los dispositivos mecánicos, como los ciclones, se utilizan en procesos de fabricación de pasta y papel para separar materiales de diferente gravedad. El documento US 2006124256 (A1) describe el uso de ciclones para la eliminación de adhesivos de alta densidad, seguido de un paso de flotación. Sin embargo, este método puede requerir modificaciones específicas del sistema, para eliminar las corrientes de gravedad específica. En muchos casos, los materiales orgánicos hidrofóbicos de cadena larga tienen densidades menores en relación con el entorno químico circundante. El documento EP 0869218 describe la adición de un material magnético con una afinidad por las partículas adhesivas con la posterior eliminación de los añadidos en un campo magnético. Sin embargo, este método también requiere instalaciones técnicas y una configuración de diseño especial.
- 40 **[0009]** También se conocen enfoques químicos para controlar las adherencias, por ejemplo mediante el uso de varios tipos de materiales poliméricos orgánicos que tienen afinidad por las sustancias adhesivas.
- 45 **[0010]** Uno de los enfoques más comunes es dosificar el sistema con un material cargado catiónicamente, debido al carácter electronegativo general de las sustancias adhesivas. Los materiales comúnmente utilizados de este tipo son los condensados de dicianidamida con formaldehído y poli-DADMAC. Por ejemplo, el documento EP1623067 describe el uso de un poli-DADMAC reticulado, mientras que en el documento EP1763609 se usa un polímero anfótero combinado con partículas sólidas silíceas cargadas aniónicamente.
- 50

- [0011]** Sin embargo, los compuestos cargados tienen el potencial de interferir con la química de un sistema de fabricación de papel, y pueden tener un impacto negativo en el equilibrio de carga finamente ajustado requerido para la formación de papel.
- [0012]** El documento EP0569085 describe el uso de un polímero de melamina- formaldehído modificado para este fin, mientras que el documento EP1165677 describe el uso de un compuesto polifenólico modificado con un constituyente anfótero. Sin embargo, el uso de bisfenoles tiene problemas toxicológicos. El documento EP2044263 describe el uso de polietilenglicol modificado hidrófobamente.
- [0013]** En muchos casos, se ha encontrado que los polímeros únicos tienen un rendimiento limitado y, en su lugar, se han usado combinaciones de polímeros. Por ejemplo, los documentos EP0693147 y EP0693149 describen el uso de almidón de patata nativa en combinación con carboxietilcelulosa y/o metilhidroxipropilcelulosa. El documento EP1627107 describe el uso de un polímero catiónico combinado con una celulosa hidroxietil modificada hidrófica, y el documento EP0986670 describe el uso de al menos dos materiales seleccionados entre un polímero soluble en aceite o polímero dispersible en agua, un surfactante dispersible en agua o soluble en aceite, un agente de pegajosidad y un disolvente soluble en aceite o dispersible en agua. El documento EP1425471 describe el uso de un copolímero basado en 75-95% de acrilamida y 5-25% de acetato de vinilo dosificado a la pasta. El documento US5510439 describe un método para controlar la brea en sistemas de fabricación de papel mediante coagulación usando un producto de reacción preferido de una cantidad principal de cloruro de dialildimetilamonio (95,0-99,9 partes) con una cantidad menor de viniltrimetoxisilano (0,01-5,0 partes). En el documento EP0825293 se usa una dosificación combinada de cloruro de polivinilo, un coagulante polimérico catiónico y un floculante polimérico. El documento CA2219139 describe el uso de productos de alcoxilación (ésteres) de ácidos grasos C10-C22 y ácidos grasos C10-C22 que contienen un grupo -OH.
- [0014]** Los pigmentos o adsorbentes, tales como la bentonita, el talco y la arcilla que tienen afinidad por las sustancias adhesivas, por lo tanto, los hacen menos pegajosos, también son materiales comúnmente utilizados para reducir su absorción en las superficies. Por ejemplo, CN102733259 describe el uso de talco, EP0989229 el uso de un mineral hidrofóbico modificado sintético o natural, US5540814 el uso de arcilla catiónica, y US5080759 el uso de varios compuestos de organotitanio (IV). El documento EP0740014 describe el uso de materiales inorgánicos particulados silíceos que comprenden al menos un compuesto con silicio revestido con un material con nitrógeno que contiene uno o más anillos de triazina. El material particulado es un aluminosilicato, tal como arcilla de kandita, revestido con un homopolímero o copolímero que comprende estructuras de tipo melamina formaldehído. Sin embargo, tales minerales normalmente necesitan altas tasas de adición, y pueden conducir a la formación de polvo del papel final y/o al aumento de la formación de lodo en las plantas de tratamiento de aguas residuales porque pueden ser muy difíciles de retener en el papel.
- [0015]** Las sustancias pegajosas son hidróficas, insolubles en agua y pueden desarrollar propiedades pegajosas/adhesivas incrementadas en condiciones de proceso en la fabricación de pasta y papel. Por lo tanto, se han sugerido otros tipos de materiales hidrofóbicos para dicho tratamiento.
- [0016]** Por ejemplo, WO9605361 describe el uso de combinaciones de compuestos que contienen hidrocarburos, EP0517360 el uso de un disolvente hidrocarbonado con una mezcla de surfactantes, DE10324369 una suspensión de fibra limpiada para adherencias hidrofóbicas mediante la adición de un aceite triglicérido de diversas fuentes naturales, EP0920551 el uso de alcoholes grasos para aglomerar adhesiones a un tamaño tal que puedan eliminarse por selección, y EP1950342 un agente de control de adherencias basado en una emulsión PIT que comprende a) dialquilamidas como constituyente principal y b) surfactantes no iónicos para obtener la emulsión. PIT se refiere a la "Temperatura de Inversión de Fase", y requiere el uso de surfactantes específicamente combinados para obtener una inversión de fase a una temperatura específica, mediante la cual se forman pequeñas partículas/gotitas. Los etoxilatos de alcohol graso/ glicéridos parciales o glicéridos parciales / alqu(en)il oligoglucósidos o combinaciones de alcoxilatos de ácidos grasos/alqu(en)il oligoglucósidos son los surfactantes preferidos. Sin embargo, una limitación del uso de surfactantes no iónicos es que no previenen la formación de aglomerados de adherencias, y su capacidad para dispersar partículas finas durante un tiempo más prolongado es limitada.
- [0017]** También se han descrito surfactantes orgánicos para la reducción de adherencias, a menudo en combinación con polímeros orgánicos. Por ejemplo, el documento CN101725064 describe un método para eliminar adherencias mediante el uso de combinaciones de surfactantes no iónicos y agentes dispersantes aniónicos, tales como (sales de) poli(acrilamida), polímeros poli(acrílicos) y poli(metacrílicos). El documento DE19929919 describe el uso de surfactantes no iónicos para dispersión en la fase de alta concentración, seguido de flotación.
- [0018]** Las proteínas, incluidas las enzimas, también se han descrito para la reducción de las adherencias. Por ejemplo, EP1268932 describe el uso de proteínas de suero de leche en combinación con compuestos catiónicos, y el documento US2001020150 también describe el uso de proteínas de suero de leche. El

documento EP1802806 describe el uso de diversas enzimas que hidrolizan o modifican las adherencias en combinación con adsorbentes sintéticos aniónicos, no iónicos o catiónicos o naturales, tales como silicatos, carbonatos o combinaciones de los mismos. El documento DE102005034413 describe el uso de una enzima esterasa (lipasa) combinada con un surfactante no iónico, no polimérico, y CN103074795 describe de manera similar el uso de la lipasa alcalina para controlar las sustancias adhesivas. El documento EP1402109 describe el tratamiento de la pasta a partir de papel reciclado con enzimas lipolíticas para controlar las adherencias, las enzimas capaces de hidrolizar un polímero que comprende monómero de vinilacetato a pH neutro. CN101760976 aplica una enzima en combinación con un agente de destintado de jabón y un surfactante de poliéter. El documento EP2092114 describe el uso de enzimas en combinación con agentes de separación no iónicos en forma de hidroxietilcelulosa modificada hidrofóbica o un acetato de polivinilo con un grado de hidrólisis de 50-100%. Las proteínas pueden tener un efecto pacificador sobre las sustancias pegajosas, y las enzimas pueden tener un efecto hidrolítico sobre enlaces químicos específicos. Las enzimas son más o menos específicas en su acción sobre tipos de sitios químicos, y donde las esterasas/lipasas/enzimas lipolíticas normalmente tienen un efecto de escisión sobre los enlaces éster. Sin embargo, el rendimiento de las enzimas está influenciado por el entorno físico/químico, como el pH, las temperaturas y los materiales oxidantes. Los aldehídos pueden, por ejemplo, unirse a las proteínas y bloquear la acción de las enzimas.

[0019] Además de los métodos citados previamente, se han publicado otras técnicas que usan diversos tipos de aditivos químicos, ya sean puros o combinados. Por ejemplo, el documento US5009746 describe el uso de CO₂ supercrítico para controlar las adherencias, vidrio soluble EP0698141 en combinación con jabones de ácidos grasos y adyuvantes de floculación/retención catiónicos, y urea EP4923566 disuelta. El documento EP1473405 describe cómo se puede tratar la superficie de cilindros de secado metálicos y/o cilindros revestidos de lona pulverizando con un aceite de silicona con funcionalidad amino o epoxi, y el documento EP2557226 describe cilindros de secado de revestimiento en la máquina de papel (revestidos de metal o lona) con un polisiloxano modificado con amino.

[0020] El documento WO 2006/113896 describe la reducción de la deposición de contaminantes ("adherencias") durante la preparación de productos de papel reciclado mediante la adición de un material que contiene silicio al medio de fabricación de pasta o a la etapa de procesamiento de la pasta. El material que contiene silicio se selecciona de uno de seis grupos, (i) a (vi) como se define.

[0021] El documento WO 2004/0011717 divulga un método para destintar papel impreso que comprende convertir el papel en pasta para formar una suspensión acuosa, añadir un aditivo que comprende un siloxano modificado orgánicamente al papel, y eliminar la tinta desprendida por flotación.

[0022] La medición de la eficacia de las diversas técnicas para controlar la deposición de adherencias puede realizarse, en cierta medida, en un ambiente artificial en el laboratorio. Sin embargo, los resultados obtenidos en el laboratorio a menudo no se reflejan en el procesamiento industrial a gran escala, donde las condiciones físicas y químicas varían a lo largo de la cadena de procesos, donde el proceso funciona las 24 horas, más o menos todo el año.

[0023] Siempre habrá interacciones físicas y químicas entre las partículas presentes y los tipos de superficies en la maquinaria donde se produce la adhesión. Por lo tanto, el tipo de suministro, el diseño del sistema y los parámetros de procesamiento pueden tener un impacto en el grado de los problemas de deposición experimentados. Estas variaciones también pueden limitar los tipos de tecnología que se pueden usar para combatir los problemas causados por la deposición de adherencias.

[0024] Solo algunas de las tecnologías descritas se han establecido como métodos valiosos para reducir las adherencias en operaciones industriales a gran escala. Por lo tanto, la industria todavía busca un método simple para controlar la deposición no deseada de adherencias en los sistemas de fabricación de pasta y papel, especialmente en relación con la industria del reciclaje de papel donde se producen problemas tanto de adherencias naturales como sintéticas. Los materiales utilizados deberían ser compatibles con las condiciones de proceso existentes, y deberían poder eliminar y/o pacificar las adherencias de tal forma que el proceso pueda mantenerse sin alteraciones durante períodos prolongados. El método elegido no debe tener un impacto negativo en el proceso, y también debe ser económico de usar.

[0025] La presente invención busca abordar estos problemas con los enfoques de la técnica anterior.

[0026] De acuerdo con la presente invención, se proporciona así un método para controlar la deposición de adherencias en los procesos de fabricación de pasta y fabricación de papel que comprende añadir a la pasta de fibra o almacenar un aditivo que comprende un siloxano organomodificado que comprende unidades de la fórmula:



en el que cada R¹ se selecciona independientemente de un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo, arilo, alquenoilo, aralquilo, alcarilo, alcoxi, alcanoiloxi, hidroxilo, éster o éter;

cada Z se selecciona independientemente de un grupo alquilo sustituido con un grupo amina, amida, carboxilo, éster o epoxi, o un grupo $-R^2-(OC_pH_{2p})_q(OC_rH_{2r})_s-R^3$;

n es un número entero mayor que 1;

a y b son independientemente 0, 1, 2 o 3;

5 R^2 es un enlace directo, un grupo metileno, etileno, propileno, butileno, pentileno o hexileno;

R^3 es un átomo de hidrógeno, grupo alquilo, hidroxilo, alcoxi, éster o éter;

p y r son independientemente 2, 3 o 4;

q y s son independientemente 0 o un número entero como $1 \leq q + s \leq 400$;

10 y en el que cada molécula del siloxano organomodificado contiene al menos uno o más grupos $Z R^2-(OC_pH_{2p})_q(OC_rH_{2r})_s-R^3$.

[0027] La adición de un aditivo que comprende un siloxano organomodificado a pasta de fibra o reserva se produce temprano en la cadena de proceso, en la unidad de preparación de reserva, en la salida de la pasta, y/o en la pasta o reserva antes, durante o después de la desintegración de fibra ya sea material celulósico virgen o reciclado. Sorprendentemente, se ha encontrado que controla eficazmente los depósitos de adherencias en un sistema de fabricación de papel, por ejemplo en alambres, fieltros, rodillos, cuchillas y calandrias. Se cree que esto se logra mediante una mayor separación de los materiales pegajosos de la pasta o material de fibra, y/o un efecto de pacificación sobre los materiales pegajosos todavía presentes en la corriente de fibra que entra en el sistema de fabricación de papel.

20 [0028] El aditivo que comprende el siloxano organomodificado se añade a la pasta de fibras o al producto puro o diluido. Puede almacenarse y manipularse fácilmente, y no se ha encontrado que altere el equilibrio de carga del extremo húmedo de la máquina de papel. Además, no crea sedimentos o polvo extra.

25 [0029] Aunque sin desear estar ligado a la teoría, el efecto del siloxano organomodificado en el control de las adherencias se puede explicar a través de una interacción selectiva con las adhesiones hidrofóbicas, por lo que puede lograrse una mayor separación de la pasta o material de fibra, por ejemplo en el unidad de flotación de una planta de reciclaje de papel.

30 [0030] Además, el siloxano organomodificado también podría tener un efecto pacificador sobre las adherencias, por lo que la pegajosidad de las adherencias se reduce, de forma que las adherencias que no se eliminan de la corriente de fibra, por ejemplo en una unidad de flotación, tienen una tendencia reducida a adherirse a las superficies. También puede producirse cierta adhesión coloidal no nociva a las fibras, de manera que las adherencias que siguen el flujo de fibras a la máquina de papel se estabilizan de una manera finamente dispersa.

35 [0031] En el siloxano organomodificado utilizado en la presente invención, al menos uno o más grupos Z es un grupo $-R^2-(OC_pH_{2p})_q(OC_rH_{2r})_s-R^3$, en donde p y/o r son independientemente 2, 3 o 4. Preferiblemente, q y s son cada uno independientemente de 5 a 30, más preferiblemente de 10 a 25. En un grupo particularmente preferido Z_p es 2, r es 3, y q y s son cada uno independientemente de 15 a 20. R^2 es un enlace directo, metileno, etileno, propileno, butileno, pentileno o grupo hexileno. R^3 es un átomo de hidrógeno, o un grupo hidroxilo, alcoxi, éster o éter.

40 [0032] [Adicionalmente, Z puede ser un grupo alquilo sustituido con un grupo amina, amida, carboxilo, éster o epoxi, por ejemplo un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, es decir, metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo sustituido o metilo grupo hexilo.

[0033] El siloxano organomodificado puede ser lineal o puede comprender unidades en las que $a + b = 0$ o 1, es decir, el siloxano puede contener ramificación. Cuando Z es un grupo $-R^2-(OC_pH_{2p})_q(OC_rH_{2r})_s-R^3$, R^3 es preferiblemente un grupo hidroxilo o alcoxi.

45 [0034] Preferiblemente, de 2 a 20 por ciento de moles en átomos de silicio en la molécula de siloxano están sustituidos por un grupo Z, más preferiblemente de 5 a 18 por ciento en moles.

El peso molecular del siloxano es preferiblemente de 1000 - 500,000, más preferiblemente de 8,000 - 100,000.

50 Los siloxanos organomodificados particularmente preferidos para usar en el método de la presente invención son polidimetilsiloxanos lineales con extremos hidroxilo o alquilo, en los que del 5 al 18 por ciento en moles de átomos de silicio están sustituidos por grupos Z de fórmula $-R^2-(OC_pH_{2p})_q(OC_rH_{2r})_s-R^3$, en donde p es 2, r es 3 y q y s son independientemente de 15 a 20, R^2 es un grupo alquileno que tiene de 1 a 6 átomos de carbono o un enlace directo, y R^3 es un átomo de hidrógeno o un grupo hidroxilo, alcoxi, éster o éter. Más preferiblemente, 11 por ciento en moles de átomos de silicio están sustituidos con dichos grupos Z, q y s son ambos 18, y el siloxano organomodificado tiene un peso molecular de aproximadamente 60.000.

55

- 5 [0035] El aditivo para uso en el método de la presente invención puede consistir en siloxano organomodificado sólo para controlar la deposición de adherencias, o puede comprender el siloxano organomodificado junto con uno o más componentes seleccionados de un polidimetilsiloxano, un poliéter orgánico o un su éster de ácido graso, un éster de ácido graso con alcohol monovalente o polivalente C_{1-4} o un ácido graso insaturado o saturado de origen natural o un jabón del mismo. Por ejemplo, los ácidos grasos adecuados incluyen ácidos carboxílicos alifáticos monobásicos saturados e insaturados, por ejemplo que tienen de 8 a 22 átomos de carbono, tales como ácido láurico, mirístico, palmítico, esteárico, araquídico, behénico, lignocérico, palmítico, oleico, linoleico, linolénico y ácidos araquidónicos.
- 10 [0036] Los poliéteres orgánicos adecuados para uso con el siloxano organomodificado en el método de la presente invención incluyen los de fórmula $R^4-(OC_pH_{2p})_q(OC_rH_{2r})_s-R^5$ en donde R^4 and R^5 se seleccionan independientemente de un átomo de hidrógeno, hidroxilo, los grupos alquilo, alcoxi o éster, p y r son independientemente un número entero de 1 a 6, y q y s son independientemente 0 o un número entero como $1 < q + s < 400$.
- 15 [0037] El aditivo puede estar en forma de una solución, microemulsión, emulsión, dispersión o cualquier combinación de los mismos. El aditivo puede comprender un siloxano soluble y/o emulsionante en agua.
- 20 [0038] La cantidad de aditivo que se utilizará puede ser muy baja, y por lo tanto puede ser muy económica, por lo que el costo del aditivo es superado por los beneficios logrados. Por lo tanto, el aditivo se agrega preferiblemente en una cantidad de menos de 0,01% en peso de fibra en la pasta como material seco, más preferiblemente en una cantidad de menos de 0,005 % en peso, por ejemplo 0,003-0,004 % en peso. Por ejemplo, una cantidad preferida de siloxano organomodificado para ser añadida es 30-40g / tonelada de papel.
- 25 [0039] En procesos de reciclado de papel, el aditivo usado en la presente invención se puede usar en adición a productos químicos de destintado estándar, por ejemplo para usar en procesos de destinte por flotación. Dichos productos químicos estándar de destintado pueden incluir, por ejemplo, álcalis (tales como hidróxidos de metales alcalinos, por ejemplo, hidróxido de sodio), vidrio soluble (por ejemplo, silicato de sodio) y H_2O_2 (peróxido). Un ácido graso, o un jabón de ácidos grasos de un metal alcalino o alcalinotérreo (los ácidos grasos adecuados incluyen los mencionados anteriormente en el presente documento) pueden usarse en etapas previas y posteriores a la flotación, por ejemplo, jabón de sodio de ácidos grasos (que puede convertirse en jabón de calcio en agua dura).
- 30 [0040] La detección y medición de partículas adhesivas en un sistema de fabricación de pasta o fabricación de papel puede realizarse a través de citometría de flujo u otro método óptico, y los depósitos pegajosos pueden controlarse mediante inspecciones visuales y/o mediciones gravimétricas.
- 35 [0041] La presente invención se describirá ahora en detalle a modo de ejemplo, con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:
- La Figura 1 muestra los niveles medidos de microadherencias hidrofóbicas en muestras tomadas de la planta de pasta destintada (DIP) de una fábrica de papel integrada, "Fábrica A";
- La figura 2 muestra un gráfico de la acumulación acumulada por mes de microadherencias hidrofóbicas en la cuchilla rascadora en el cilindro de secado número 3 de la máquina de papel Fábrica A durante un período de meses, tanto antes como después de la adición de un siloxano organomodificado;
- 40 La Figura 3 muestra los niveles medidos de microadherencias hidrofóbicas en muestras tomadas de la planta DIP de una fábrica de papel integrada "Fábrica B"; y
- La Figura 4 muestra el cambio promedio en el nivel de microadherencias hidrofóbicas en diferentes posiciones con relación al nivel en la entrada antes de preflotación de la planta DIP en Fábrica B.
- 45 Ejemplo 1 - "Fábrica A"
- [0042] Fábrica A es una fábrica de papel integrada que utiliza calidades de papel reciclado como material de acabado para la producción de calidades de impresión de papel.
- [0043] Se utiliza una unidad ordinaria de dos circuitos RCF (fibras recicladas) para producir pasta destintada (DIP) para papel de periódico.
- 50 [0044] La materia prima contenía ONP y OMG de calidad de la casa estándar (calidades de antiguos periódicos y revistas impresas, respectivamente). La temperatura del proceso estuvo entre 40 y 50 °C, la dureza del agua entre 10 y 30 °dH y el pH entre 7 y 9.
- [0045] Se usó una mezcla química estándar que contenía NaOH (soda cáustica), vidrio soluble (silicato) y H_2O_2 (peróxido) en la planta DIP para el desprendimiento de la tinta y la prevención de la redeposición de la tinta y el amarillamiento. Además, se agregó un jabón de sodio para la eliminación de tinta en el circuito de pre y flotación posterior.
- 55

El jabón se convirtió al menos parcialmente en jabón de calcio debido a la dureza del agua. El jabón se dosificó en una cantidad de 2 - 3 kg/tonelada (calculada como ácido graso por tonelada de salida seca desde el triturador/tambor).

- 5 **[0046]** Se midió la cantidad de "microadherencias" hidrofóbicas (<50 µm) en la planta RCF mediante citometría de flujo. El equipo de citometría de flujo cuenta el número de microadherencias hidrofóbicas, es decir, partículas que tienen el potencial de agregarse en partículas sólidas más grandes, acumulando así depósitos pegajosos en las superficies del sistema de proceso. En la citometría de flujo, el grado de deflexión de los rayos láser combinados con colorantes que tienen afinidad por las partículas de interés se usan para la detección de partículas, con el procesamiento informático de las señales. El volumen de muestra para las mediciones fue de 0,2 ml.
- 10 **[0047]** El grado de acumulación de depósitos de adherencias también se observó en la cuchilla rascadora del cilindro de secado número 3 de la máquina de papel.
- 15 **[0048]** Se añadió un siloxano organomodificado a la salida del triturador en una cantidad de 40 g/tonelada de papel entrante (0,004% en peso). Este siloxano organomodificado particularmente preferido era un polidimetilsiloxano en el que 11 por ciento en moles de átomos de silicio están sustituidos por grupos Z de fórmula $-R^2-(OC_pH_2)_q(OC_rH_2)_s-R^3$, en donde p es 2, r es 3 y q y s son cada uno 18, R^2 es un enlace directo, y R^3 es un grupo hidroxilo, u otro grupo de protección terminal, que tiene un peso molecular de aproximadamente 60.000.
- 20 **[0049]** Durante el período de dosificación del siloxano organomodificado, las deposiciones de adherencias en el sistema de máquina de papel se redujeron significativamente. Cuando el siloxano organomodificado dejó de añadirse a la salida del triturador, los depósitos de adherencias en el sistema aumentaron una vez más. Cuando el siloxano organomodificado se añadió una vez más a la salida de la trituradora, el nivel de depósitos de adhesiones en el sistema se redujo una vez más.
- 25 **[0050]** La Figura 1 muestra los niveles medidos de microadherencias hidrofóbicas a través de la planta DIP. El nivel de microadherencias en la entrada a la pre-flotación se define como 100%, y los niveles en las otras posiciones se calculan en relación con este nivel.
- 30 **[0051]** La Figura 1 muestra que sin la adición del siloxano organomodificado (es decir, solo los productos químicos de destintado estándar y el jabón de sodio) no se observó reducción de microadherencias entre la entrada de pre-flotación y la salida de la torre de almacenamiento DIP. Sin embargo, cuando se añadió el siloxano organomodificado en una cantidad de 40 g/tonelada de papel entrante aceptado (0,004% en peso), se encontró una reducción significativa en el nivel de microadherencias en muestras tomadas de las mismas posiciones. Por lo tanto, el nivel medido de microadherencias se redujo del 100% en la entrada de pre-flotación al 68% en la salida de la torre de almacenamiento DIP.
- 35 **[0052]** La Figura 2 muestra un gráfico de la acumulación acumulativa promedio (g/h) por mes de microadherencias hidrofóbica en la chuchilla de raspado en el cilindro de secado número 3 de la máquina de papel Fábrica A durante un período de meses, tanto antes como después del además de un siloxano organomodificado (de marzo a diciembre). Por lo tanto, se midió la acumulación promedio de microadherencias (g/h) cada día, a partir de la cual se calculó una cantidad acumulativa promedio para cada mes.
- 40 **[0053]** El gráfico muestra que los depósitos de adherencias alcanzaron su punto máximo en julio (aproximadamente 16500g/h por mes acumulado) antes de la introducción del aditivo de siloxano organomodificado en la segunda mitad de este mes. Después de esto, la acumulación de adherencias disminuyó significativamente, a aproximadamente 3000 g/h en agosto, 1500 g/h en septiembre, 425 g/h en octubre y cantidades insignificantes en noviembre y diciembre.
- 45 Ejemplo 2 - "Fábrica B"
- [0054]** La Fábrica B es una unidad RCF de dos circuitos utilizada para fabricar DIP para producción de papel periódico. Las composiciones de materia prima comprenden ONP y OMG de calidad doméstica estándar.
- 50 **[0055]** La misma mezcla química que contiene cáustico, silicato y peróxido se utilizó de nuevo para el desprendimiento de la tinta y para evitar la redeposición y el amarilleamiento.
- [0056]** Una vez más, además de esta mezcla química, se añadió jabón de sodio, transformado en jabón de calcio debido a la dureza del agua, para la eliminación de la tinta en los circuitos pre y postflotación.
- [0057]** La temperatura del proceso estuvo entre 45 y 50 °C, el nivel de dureza del agua entre 10 y 30 °dH y el pH entre 7 y 9.
- 55 **[0058]** El potencial para la formación de depósitos de adherencias en las superficies del sistema de proceso se evaluó mediante la investigación de la cantidad de microadherencias hidrofóbicas presentes en la

planta de RCF, y en posiciones en el extremo húmedo de la máquina de papel, realizadas mediante citometría de flujo.

- 5 [0059] En un período de referencia, se dosificaron 1,5 kg de jabón/tonelada de sodio (como ácidos grasos) a la planta de RCF, además de los otros productos químicos utilizados para la fabricación de DIP.
- [0060] En un período de prueba, se dosificó una dosis combinada de 1 kg de jabón/ tonelada de sodio y 36 g de siloxano organomodificado/tonelada de aceptación seca entrante (0,0036% en peso), además de los productos químicos estándar de destintado.
- 10 [0061] La Figura 3 muestra los niveles de microadherencias hidrofóbicas en muestras tomadas de la planta de DIP en la Fábrica B con relación al nivel en la entrada de pre-flotación, según se mide mediante citometría de flujo. De nuevo, el nivel de microadherencias hidrofóbicas en la entrada de pre-flotación se define como 100%.
- [0062] Cuando se dosifica con productos químicos estándar solamente, incluyendo 1.5 kg de jabón de sodio/ tonelada, no hay una reducción significativa de los niveles de microadherencias hidrofóbicas observadas a través del sistema de destintado.
- 15 [0063] Al dosificar el siloxano organomodificado para aceptar después de la pasta del tambor en una cantidad de 36 g/tonelada (0,0036% en peso), en combinación con una cantidad reducida de jabón de sodio (1 kg/ tonelada), se midió una reducción significativa en el nivel de microadherencias hidrofóbicas.
- [0064] La Figura 4 muestra el cambio promedio en el nivel de microadherencias hidrofóbicas en diferentes posiciones en relación con el nivel en la entrada de pre-flotación de la planta DIP en la Fábrica B, durante el período de referencia (4 ciclos durante 3 meses) y durante el período de prueba con una dosificación de siloxano organomodificado a la planta de RCF (8 ciclos durante 11 meses), medida por citometría de flujo.
- 20 [0065] La Figura 4 muestra que la cantidad de microadherencias hidrofíbas se reduce en la mayoría de las posiciones durante el período de prueba usando el siloxano organomodificado en comparación con el período de referencia.
- 25

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para controlar la deposición de adherencias en procesos de fabricación de pasta y fabricación de papel que comprende añadir a la pasta de fibra o almacenar un aditivo que comprende un siloxano organomodificado que comprende unidades de la fórmula:



en donde R¹ se selecciona independientemente de un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo, arilo, alquenilo, aralquilo, alcarilo, alcoxi, alcaniloxi, hidroxilo, éster o éter;

- 10 cada Z se selecciona independientemente de un grupo alquilo sustituido con un grupo amina, amida, carboxilo, éster o epoxi, o un grupo -R²-(OC_pH_{2p})_q (OC_rH_{2r})_s-R³;

n es un número entero mayor que 1;

a y b son independientemente 0, 1, 2 o 3;

R² es un enlace directo, un grupo metileno, etileno, propileno, butileno, pentileno o hexileno;

- 15 R³ es un átomo de hidrógeno, grupo alquilo, hidroxilo, alcoxi, éster o éter;

p y r son independientemente 2, 3 o 4;

q y s son independientemente 0 o un número entero como $1 \leq q + s \leq 400$;

y en el que cada molécula del siloxano organomodificado contiene al menos uno o más grupos Z -R²-(OC_pH_{2p})_q (OC_rH_{2r})_s-R³;

- 20 caracterizado porque el aditivo se agrega en la unidad de preparación de pasta, la salida de pasta y/o en la pasta o material antes, durante o después de la desintegración de fibra de material celulósico virgen o reciclado, y/o en el que el aditivo se agrega a la pasta de fibra o el material limpio o diluido.

- 25 2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1 en donde q y s son cada uno independientemente de 5 a 30, preferiblemente de 10 a 25, más preferiblemente en donde p es 2, r es 3, y q y s son cada uno independientemente 15 a 20.

3. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde al menos uno o más grupos Z son un grupo alquilo sustituido con un grupo amina, amida, carboxilo, éster o epoxi, y/o donde al menos uno o más grupos Z son un grupo alquilo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, preferiblemente un grupo metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo o hexilo sustituido.

- 30 4. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que de 2 a 20 por ciento en moles de átomos de silicio en la molécula de siloxano están sustituidos por un grupo Z, preferiblemente de 5 a 18 por ciento en moles.

5. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el peso molecular del siloxano es de 1.000 a 500.000, preferiblemente de 8.000 a 100.000.

- 35 6. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que el siloxano organomodificado es un polidimetilsiloxano lineal protegido con hidroxilo o alquilo, en el que de 5 a 18 por ciento en moles de átomos de silicio están sustituidos por grupos Z de fórmula R²-(OC_pH_{2p})_q (OC_rH_{2r})_s-R³, en donde p es 2, r es 3 y q y s son independientemente de 10 a 20.

- 40 7. Un método según la reivindicación 6, en el que 11 por ciento en moles de átomos de silicio están sustituidos con dichos grupos Z, q y s son ambos 18, y el siloxano organomodificado tiene un peso molecular de aproximadamente 60.000.

8. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el aditivo consiste en siloxano organomodificado solo.

- 45 9. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el aditivo comprende el siloxano organomodificado junto con uno o más componentes seleccionados de un polidimetilsiloxano, un poliéter orgánico o un éster de ácido graso del mismo, un éster de ácido graso con mono C₁₋₄ o alcohol polivalente o un ácido graso saturado o insaturado de origen natural o un jabón del mismo, en donde los ácidos grasos se seleccionan preferiblemente de ácidos carboxílicos alifáticos monobásicos saturados e insaturados, tales como ácidos grasos que tienen de 8 a 22 átomos de carbono, más preferiblemente seleccionados de ácidos láurico, mirístico, palmítico, esteárico, araquídico, behénico, lignocélico, palmitólico, oleico, linoleico, linolénico y araquidónico.
- 50

- 5
- 10.
- Un método de acuerdo con la reivindicación 9 en el que uno o más componentes comprende un poliéter orgánico que tiene la fórmula $R^4-(OC_pH_{2p})_q(OC_rH_{2r})_s-R^5$ en donde R^4 y R^5 se seleccionan independientemente de un átomo de hidrógeno, hidroxilo, alquilo, alcoxi o los grupos éster, p y r son independientemente un número entero de 1 a 6, y q y s son independientemente 0 o un número entero como $1 \leq q + s \leq 400$.
- 11.
- Un método de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que el aditivo está en forma de una solución, microemulsión, emulsión, dispersión o cualquier combinación de las mismas, y/o comprende un siloxano soluble y/o emulsionante en agua.
- 10
- 12.
- Un método de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, donde el aditivo se agrega en una cantidad de menos de 0,01% en peso de fibra en la pasta como material seco, preferiblemente una cantidad menor que 0,005% en peso, más preferiblemente 0,003-0,004% en peso o menos.
- 13.
- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la detección y medición de adherencias se realiza a través de citometría de flujo.

15

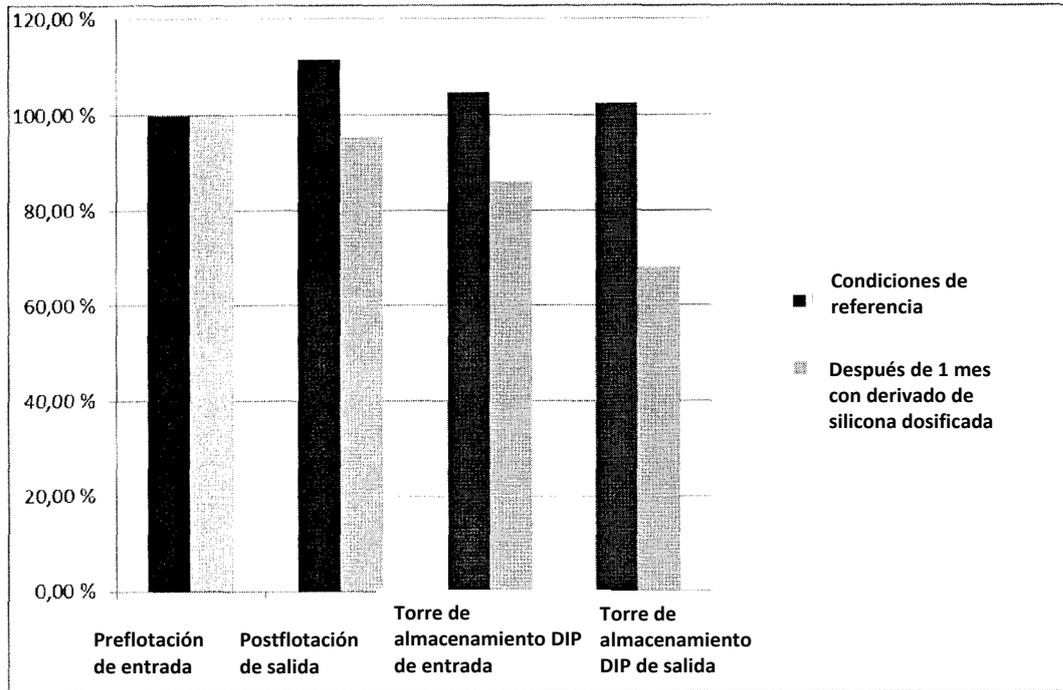
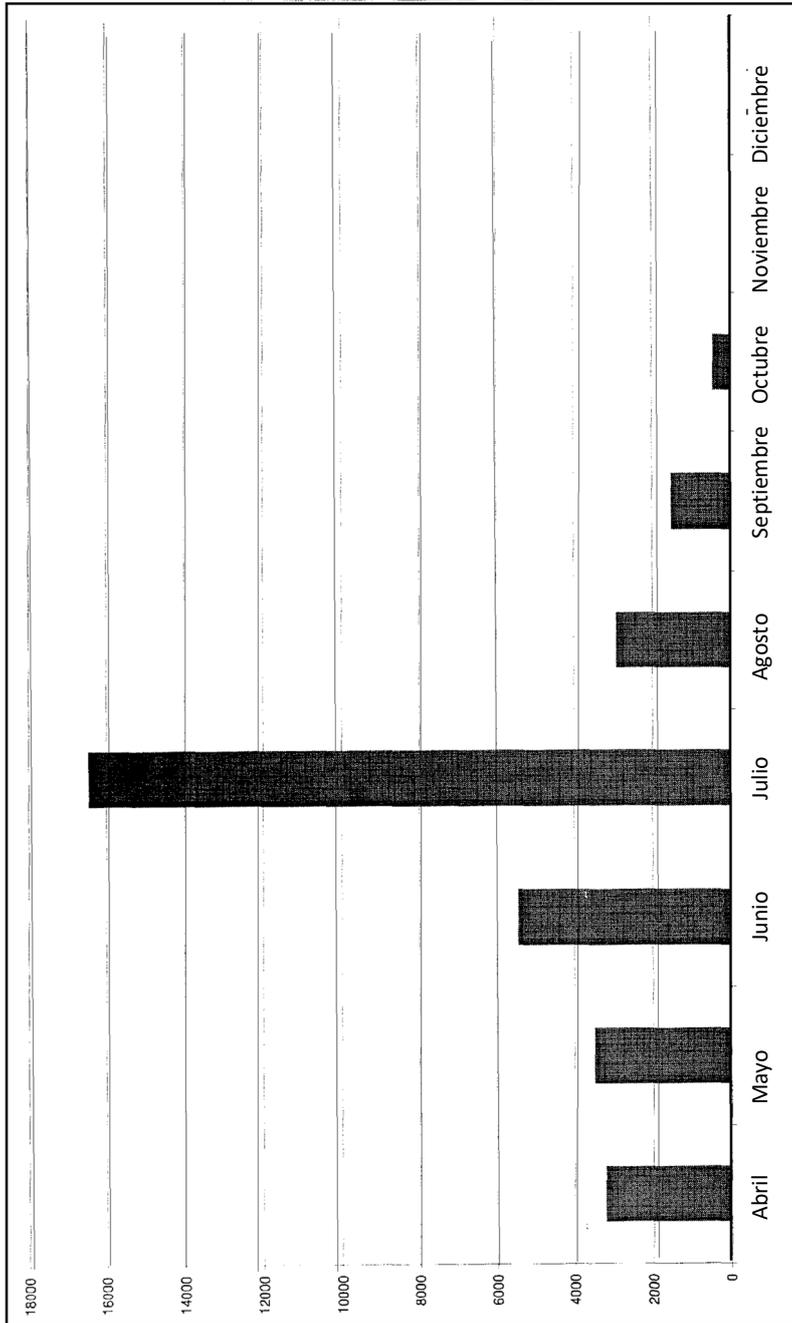


Figura 1



Cantidad de adherencias (acumulativo g/h por mes)

Figura 2

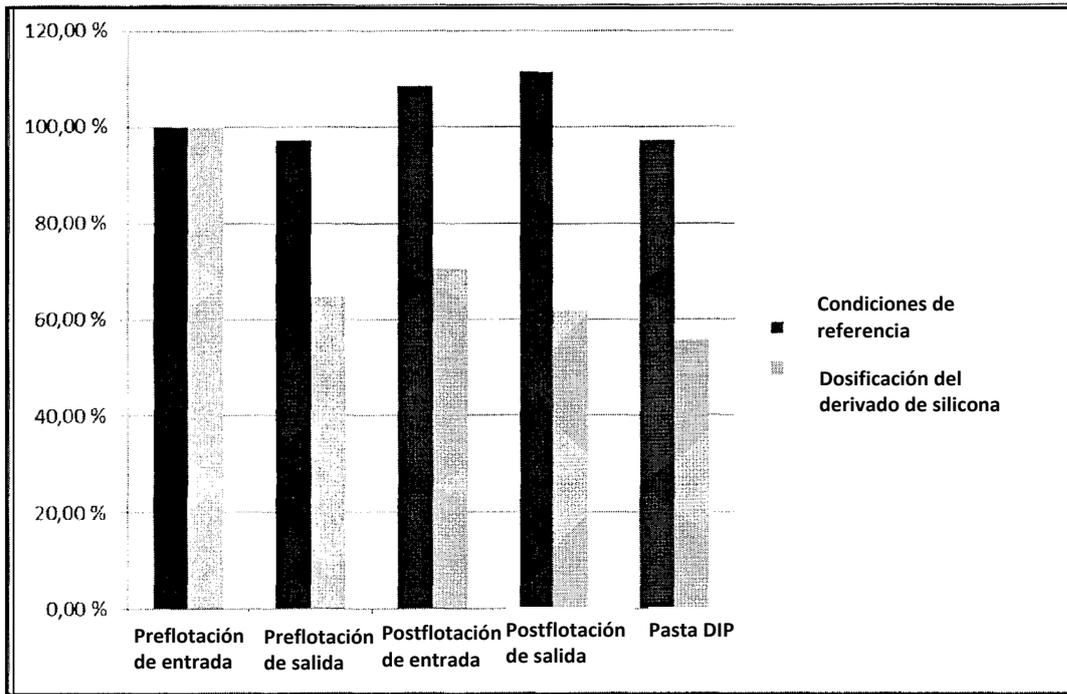


Figura 3

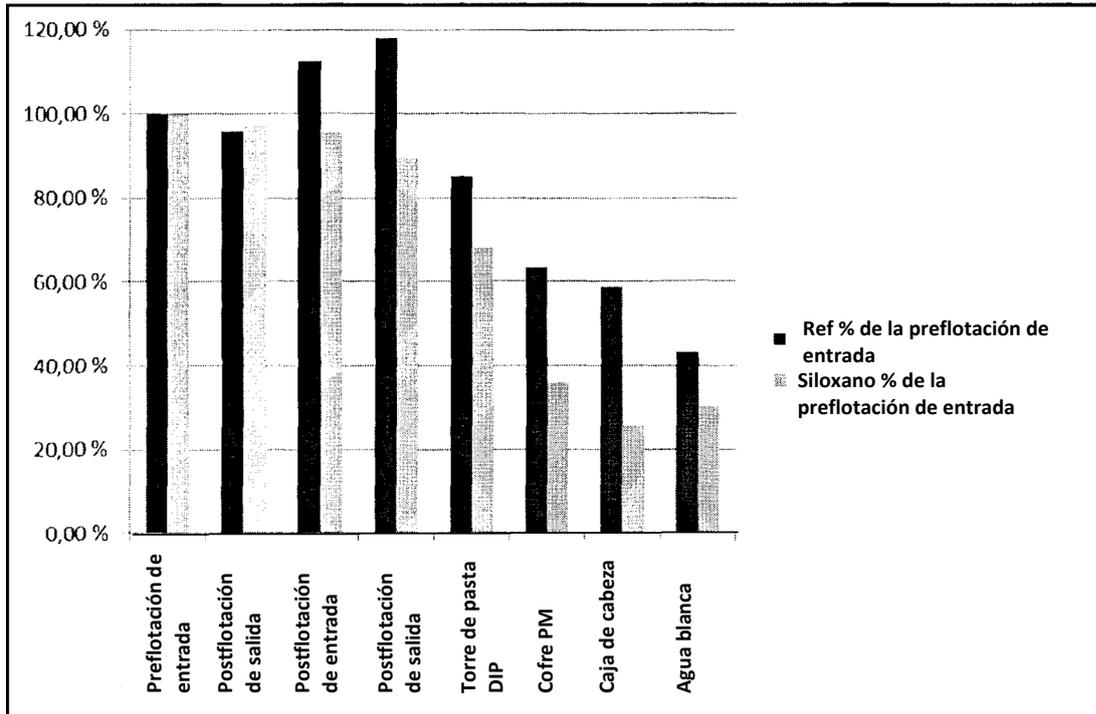


Figura 4