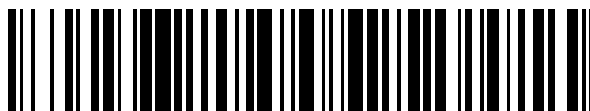


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 688 874**

51 Int. Cl.:

**D21H 11/18** (2006.01)

**D21H 21/20** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.03.2014** **PCT/EP2014/055102**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.09.2014** **WO14140275**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.03.2014** **E 14711725 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.07.2018** **EP 2971347**

54 Título: **Proceso para tratar celulosa microfibrilada**

30 Prioridad:

**15.03.2013 EP 13290070**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la  
traducción de la patente:  
**07.11.2018**

73 Titular/es:

**FIBERLEAN TECHNOLOGIES LIMITED (100.0%)**  
**Par Moor Centre, Par Moor Road**  
**Par, Cornwall PL24 2SQ, GB**

72 Inventor/es:

**LEE, KAI;**  
**TELLIER, GUILLAUME;**  
**BACON, FELIX JOHN GUNNAR y**  
**SKUSE, DAVID ROBERT**

74 Agente/Representante:

**CAMPELLO ESTEBARANZ, Reyes**

ES 2 688 874 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

Proceso para tratar celulosa microfibrilada

## 5 CAMPO TÉCNICO

La presente invención se refiere a un proceso para modificar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada, a una suspensión acuosa que comprende dicha celulosa microfibrilada, y a composiciones de fabricación de papel y productos de papel que comprenden dicha celulosa microfibrilada.

10

## ANTECEDENTES DE LA INVENCION

En la fabricación de papel, se añaden habitualmente cargas minerales. Aunque esto en algunas circunstancias puede reducir la resistencia mecánica del papel, es decir, en relación con un papel fabricado exclusivamente a partir de una pulpa fibrosa, esto se tolera porque la resistencia mecánica (aunque reducida) sigue siendo aceptable y existe un coste, calidad y beneficio ambiental al poder reducir la cantidad de fibra en el papel. Una propiedad común para evaluar la resistencia mecánica del papel es la resistencia al estallido del papel. Típicamente, un papel hecho puramente a partir de una pulpa fibrosa tendrá una mayor resistencia al estallido del papel que un papel comparable en el que una porción de la pulpa fibrosa se ha reemplazado por una carga mineral. La resistencia al estallido del papel del papel relleno se puede expresar como un porcentaje de la resistencia al estallido del papel sin rellenar.

El documento WO-A-2010/131016 describe un proceso para preparar celulosa microfibrilada que comprende la microfibrilación, por ejemplo, mediante trituración, de un material fibroso que comprende celulosa, opcionalmente en presencia de medio de trituración y material particulado inorgánico. Cuando se usa como carga en papel, por ejemplo, como reemplazo o reemplazo parcial de una carga mineral convencional, inesperadamente se encontró que la celulosa microfibrilada obtenida por dicho proceso, opcionalmente en combinación con material particulado inorgánico, mejoraba las propiedades de resistencia al estallido del papel. Es decir, en relación con un papel relleno con una carga exclusivamente mineral, se encontró que el papel relleno con celulosa microfibrilada tenía una resistencia al estallido mejorada. En otras palabras, se descubrió que el relleno de celulosa microfibrilada tenía atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel. En una realización particularmente ventajosa de esa invención, el material fibroso que comprendía celulosa se trituró en presencia de un medio de trituración, opcionalmente en combinación con material particulado inorgánico, para obtener celulosa microfibrilada que tenía una pendiente de fibra de 20 a aproximadamente 50.

Aunque se ha demostrado que la celulosa microfibrilada que se puede obtener mediante los procesos descritos en el documento WO-A-2010/131016 tiene atributos potenciadores de la resistencia al estallido de papel ventajosos, sería deseable poder modificar, por ejemplo, mejorar aún más, uno o más atributos potenciadores de las propiedades del papel de la celulosa microfibrilada, por ejemplo, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada.

40

## RESUMEN DE LA INVENCION

De acuerdo con un primer aspecto, se proporciona un proceso para tratar celulosa microfibrilada, comprendiendo dicho proceso someter una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y opcionalmente material particulado inorgánico a alta cizalladura, en el que la alta cizalladura se genera, al menos en parte, por un elemento de cizallamiento móvil, para mejorar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada, y en el que el término "alta cizalladura" significa una velocidad de cizallamiento de al menos 10.000 s<sup>-1</sup>.

De acuerdo con un segundo aspecto, el proceso del primer aspecto comprende además preparar una composición de fabricación de papel que comprende celulosa microfibrilada, y opcionalmente material particulado inorgánico, que se puede obtener mediante el proceso del primer aspecto.

De acuerdo con un tercer aspecto, el proceso del segundo aspecto comprende además preparar un producto de papel a partir de la composición de fabricación de papel.

De acuerdo con un cuarto aspecto, se proporciona una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada, y opcionalmente material particulado inorgánico, que se puede obtener mediante el proceso del primer aspecto de la presente invención.

De acuerdo con un quinto aspecto, se proporciona una composición de fabricación de papel que se puede obtener mediante el proceso del segundo aspecto de la presente invención.

- 5 De acuerdo con un sexto aspecto, se proporciona un producto de papel que se puede obtener mediante el proceso del tercer aspecto de la presente invención, en el que el producto de papel tiene una primera propiedad del papel (por ejemplo, resistencia al estallido) que es mayor que una segunda propiedad del papel (por ejemplo, resistencia al estallido) de un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada antes de la alta cizalladura.

10

## BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La Figura 1 es una representación esquemática, en vista en planta, de una configuración de rotor/estator adecuada para su uso en la presente invención.

15

La Figura 2 es una representación esquemática, en vista en planta, de otra configuración de rotor/estator adecuada para su uso en la presente invención.

La Figura 3 es un diagrama esquemático de un proceso integrado para preparar celulosa microfibrilada que tiene atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel modificados, por ejemplo, mejorados.

## 20 DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

El proceso para tratar celulosa microfibrilada comprende someter una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y opcionalmente material particulado inorgánico a alta cizalladura, en el que la alta cizalladura se genera, al menos en parte, por un elemento de cizallamiento móvil, para mejorar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada, y en el que el término "alta cizalladura" significa una velocidad de cizallamiento de al menos 10.000 s<sup>-1</sup>.

25

En ciertas realizaciones, el proceso es para modificar, por ejemplo, mejorar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada y comprende someter la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y, opcionalmente material particulado inorgánico, a alta cizalladura, en el que la alta cizalladura se genera, al menos en parte, por un elemento de cizallamiento móvil, para modificar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada.

30

Como se usa en el presente documento, el término "alta cizalladura" significa que la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada se somete a cizalladura, que es suficiente para tratar la celulosa microfibrilada con el fin de modificar, por ejemplo, mejorar, un atributo potenciador de las propiedades del papel de la celulosa microfibrilada. En ciertas realizaciones, la celulosa microfibrilada está sometida a una alta cizalladura, lo que es suficiente para modificar, por ejemplo, mejorar, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada. Ventajosamente, la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada se somete a cizalladura, lo que es suficiente para mejorar un atributo potenciador de la propiedad del papel de la celulosa microfibrilada, por ejemplo, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada, por métodos rutinarios, por ejemplo, comparando, de una manera adecuadamente controlada, los atributos potenciadores de las propiedades del papel de la celulosa microfibrilada (por ejemplo, los atributos de resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada) antes del tratamiento de cizalladura y los atributos potenciadores de las propiedades del papel de la celulosa microfibrilada (por ejemplo, los atributos de resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada) después del tratamiento de cizalladura. A continuación, se proporcionan detalles adicionales de tal análisis en los Ejemplos.

40

45

50

En ciertas realizaciones, la propiedad de papel se selecciona de uno o más de: resistencia al estallido, índice de estallido, resistencia a la tracción, resistencia en la dirección z (adhesión interna (Scott)), resistencia al desgarro, porosidad, lisura y opacidad.

55

Un elemento de cizallamiento móvil es una pieza o componente que genera, al menos en parte, cizalladura mecánica. Como se usa en el presente documento, "cizalladura mecánica" significa cizalladura generada por la acción de una pieza o componente mecánico móvil sobre el material que se somete a cizalladura y, además, cizalladura que se genera en ausencia sustancial de una caída de presión. Un ejemplo de un aparato que se basa

en la cizalladura generada por una caída de presión es un homogeneizador. Típicamente, en un aparato de este tipo, el material de alimentación pasa de una zona de alta presión a una zona de baja presión a través de una válvula con un espacio ajustable, pero fijo, a veces denominada válvula de homogeneización. Por lo tanto, en un homogeneizador no existe un elemento de cizallamiento móvil que aplique directamente cizalladura al material.

5

En ciertas realizaciones, la cizalladura se genera por la acción de una pieza o componente mecánico móvil con una pieza o componente complementario fijo, es decir, estacionario, en el que cualquiera o ambos de la pieza o componente mecánico móvil y la pieza o componente fijo complementario tienen más de una apertura, por ejemplo, más de 100 aperturas o más de 1000 aperturas. En ciertas realizaciones, al menos la pieza o componente fijo

10

complementario tiene más de una apertura, por ejemplo, más de 100 aperturas, o más de 1000 aperturas.

En ciertas realizaciones, el término "alta cizalladura" significa una velocidad de cizalladura de al menos aproximadamente  $10.000\text{ s}^{-1}$ , por ejemplo, una velocidad de aproximadamente  $10.000\text{ s}^{-1}$  a aproximadamente  $120.000\text{ s}^{-1}$ , o de aproximadamente  $20.000\text{ s}^{-1}$  a aproximadamente  $120.000\text{ s}^{-1}$ , o de aproximadamente  $40.000\text{ s}^{-1}$  a

15

aproximadamente  $110.000\text{ s}^{-1}$ , o de aproximadamente  $60.000\text{ s}^{-1}$  a aproximadamente  $100.000\text{ s}^{-1}$ , o de aproximadamente  $70.000\text{ s}^{-1}$  a aproximadamente  $90.000\text{ s}^{-1}$ , o de aproximadamente  $75.000\text{ s}^{-1}$  a aproximadamente  $85.000\text{ s}^{-1}$ .

En ciertas realizaciones, el elemento de cizallamiento móvil es una parte o componente de un aparato de mezcla de alta cizalladura. El elemento de cizallamiento móvil está alojado dentro del aparato de mezcla de alta cizalladura y aplica directamente cizalladura a la celulosa microfibrilada. En ciertas realizaciones, el elemento de cizallamiento móvil es un rotor que tiene un medio de mezcla en un extremo que está alojado dentro, o colocado cerca de, un componente o compartimento fijo, no móvil, tal como un estator, y el medio de mezcla gira en torno a un eje central

20

25

eje dentro del componente o compartimento fijo y aplica directamente cizalladura a la celulosa microfibrilada. La velocidad de rotación del rotor y, por lo tanto, el medio de mezcla, es suficiente para generar una alta cizalladura. Los medios de mezcla pueden ser de cualquier forma adecuada incluyendo, por ejemplo, una pluralidad de dientes, o un impulsor, o cuchillas, y similares, dispuestos en torno al eje central del rotor.

En ciertas realizaciones, el componente o compartimento fijo es un estator de forma cilíndrica que tiene un diámetro mayor que la extensión radial del medio de mezcla de tal manera que cuando el medio de mezcla gira en torno a un eje central del rotor hay un espacio entre la extremidad del medio de mezcla y la superficie interna del estator, a veces denominado hueco de espacio cerrado. Con referencia a la Figura 1, que es una representación esquemática (en vista en planta) de una configuración ejemplar de rotor/estator, el radio,  $R_1$ , del estator (1) es mayor que la extensión radial de las palas del rotor (3) colocadas en torno a eje central de rotación (5) del rotor (7), creando un hueco (9). El hueco es suficientemente pequeño para que se forme una zona de alta cizalladura en la que la celulosa microfibrilada se somete a una cizalladura adicional que es suficientemente alta para modificar, por ejemplo, mejorar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada. En ciertas realizaciones, el hueco es inferior a aproximadamente 1 mm, por ejemplo, inferior a aproximadamente 0,9 mm, o inferior a aproximadamente 0,8 mm, o inferior a aproximadamente 0,7 mm, o inferior a aproximadamente 0,6 mm, o inferior a aproximadamente 0,5 mm. El hueco puede ser mayor de aproximadamente 0,1 mm. La cizalladura es la diferencia de velocidad entre el estator y el rotor dividida por el tamaño del hueco entre el estator y el rotor.

30

35

40

Por lo tanto, en ciertas realizaciones, el proceso para modificar, por ejemplo, mejorar, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada comprende someter dicha suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada, y opcionalmente material particulado inorgánico, a una alta cizalladura (mecánico) en un aparato de mezcla de alta cizalladura en el que la cizalladura se genera, al menos en parte, por dicho elemento de cizalladura móvil para modificar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada. En ciertas realizaciones, el aparato de mezcla de alta cizalladura es un aparato de mezcla de rotor/estator de alta cizalladura.

45

50

En ciertas realizaciones, se crea un evento de cizallamiento adicional mediante el uso de un estator que tiene una serie de perforaciones, por ejemplo, orificios mecanizados, ranuras o muescas, en torno a su extensión cilíndrica, a través de los cuales la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada se fuerza por la acción del rotor y el medio de mezcla. Se representa otra disposición de rotor/estator (en vista en planta) en la Figura 2. En esta configuración, el rotor (17) tiene como medios de mezcla una pluralidad de dientes (13) dispuestos en torno al eje central (15) del rotor. El estator (11) tiene una serie de muescas (21) en torno a su extensión cilíndrica. De nuevo, la extensión radial,  $R^1$ , del estator (11) es mayor que la extensión radial de la pluralidad de dientes (13), creando un hueco (19).

55

Los aparatos de mezcla de alta cizalladura adecuados son muchos y diversos, incluyendo, pero sin limitación, mezcladores de alta cizalladura discontinua, mezcladores de alta cizalladura en línea y mezcladores en línea de cizalla ultra alta. Un aparato de mezcla de alta cizalladura ejemplar es un mezclador en línea de alta cizalladura Silverson (RTM), fabricado por Silverson (RTM). Otras configuraciones de rotor/estator ejemplares incluyen las fabricadas por Kinematica (RTM) AG, tales como las comercializadas bajo la marca MEGATRON (RTM), y un molino Kady, fabricado por Kady International. Aún otro ejemplo de aparato de mezcla de alta cizalladura es un molino coloidal "supermasscolloider" que tiene una parte mecánica móvil con una parte fija complementaria para generar cizalladura, en el que la parte mecánica móvil o la parte fija complementaria tiene solo una abertura.

10 En ciertas realizaciones, la rotación a alta velocidad del rotor ejerce una potente succión, que extrae la suspensión acuosa de alimentación que comprende celulosa microfibrilada hacia el compartimiento fijo, por ejemplo, el estator. A medida que el material cizallado se retira del estator, por ejemplo, se expulsa a través de los orificios, ranuras o muescas en torno a la extensión cilíndrica del estator, se elabora el material de alimentación fresco, opcionalmente de forma continua, en el estator, manteniendo el ciclo de mezcla.

15 La suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada puede someterse a alta cizalladura durante un periodo de tiempo y/o entrada de energía total suficiente para modificar, por ejemplo, mejorar, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada, o cualquier otro los atributos potenciadores de las propiedades del papel descritos en el presente documento. En ciertas realizaciones, el periodo de tiempo de aproximadamente 30 segundos a aproximadamente 10, por ejemplo, de aproximadamente 30 segundos a aproximadamente 8 horas, o de aproximadamente 30 segundos a aproximadamente 5 horas, o de aproximadamente 30 segundos a aproximadamente 4 horas, o de aproximadamente 30 segundos a aproximadamente 3 horas, o de aproximadamente 30 segundos a aproximadamente 2 horas, o de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 2 horas, o de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 2 horas, o de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 2 horas, o de aproximadamente 15 minutos a aproximadamente 2 horas, o de aproximadamente 20 minutos a aproximadamente 100 minutos, o de aproximadamente 25 minutos a aproximadamente 90 minutos, o de aproximadamente 30 minutos a aproximadamente 90 minutos, o de aproximadamente 35 minutos a aproximadamente 90 minutos, o de aproximadamente 40 minutos a aproximadamente 90 minutos, o de aproximadamente 45 minutos a aproximadamente 90 minutos.

30 En ciertas realizaciones, la entrada de energía total es de aproximadamente 1 kWh/tonelada (kWh/t) a aproximadamente 10.000 kWh/t, basándose en el peso seco total de material celulósico en la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material particulado inorgánica opcional, por ejemplo, de aproximadamente 50 kWh/t a aproximadamente 9.000 kWh/t, o de aproximadamente 100 kWh/t a aproximadamente 8.000 kWh/t, o de aproximadamente 100 kWh/t a aproximadamente 8.000 kWh/t, o de aproximadamente 100 kWh/t a aproximadamente 7.000 kWh/t, o de aproximadamente 100 kWh/t a aproximadamente 6.000 kWh/t, o de aproximadamente 500 kWh/t a aproximadamente 5.000 kWh/t, o de aproximadamente 1000 kWh/t a aproximadamente 5.000 kWh/t, o de aproximadamente 1500 kWh/t a aproximadamente 5.000 kWh/t, o de aproximadamente 2000 kWh/t a aproximadamente 5.000 kWh/t.

40 En ciertas realizaciones, la entrada de energía total es de aproximadamente 100 kWh/t a aproximadamente 5.000 kWh/t.

La entrada de energía total durante el proceso de alta cizalladura  $E$  se puede calcular como:

$$45 \quad E = PW \quad (1)$$

50 donde  $E$  es la entrada de energía total por tonelada (kWh/t) de material celulósico en la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada,  $P$  es la entrada de energía total (kWh) y  $W$  es el peso seco total del material celulósico (en toneladas).

En ciertas realizaciones, la celulosa microfibrilada se somete a alta cizalladura en más de una fase, por ejemplo, en múltiples pases (es decir, dos o más) a través del aparato de mezcla de alta cizalladura. Por ejemplo, la suspensión acuosa puede someterse a alta cizalladura de acuerdo con el proceso descrito anteriormente durante un primer periodo de tiempo, pasarse a una zona intermedia, tal como un tanque de mezcla, que opera en condiciones en las que la celulosa microfibrilada no está sometida a cizalladura, y luego someterse a alta cizalladura durante un segundo periodo de tiempo, y así sucesivamente. En ciertas realizaciones, el proceso es un proceso continuo en el que una alimentación de dicha suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada se alimenta continuamente, por ejemplo, desde un tanque de mezcla, a un aparato de mezcla de alta cizalladura, se somete a

alta cizalladura, se extrae del aparato de mezcla de alta cizalladura y reciclado de vuelta al tanque de mezcla, y después se recircula al aparato de mezcla de alta cizalladura, y así sucesivamente. Un producto que comprende celulosa microfibrilada que tiene atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel modificados, por ejemplo, mejorados, puede extraerse del proceso en cualquier fase, por ejemplo, a través de un punto de extracción  
5 del producto, tal como, por ejemplo, una válvula de drenaje situada entre el tanque de mezcla y el aparato de mezcla de alta cizalladura. Típicamente, la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada se hace circular a un flujo constante, y el producto se extrae periódicamente, por ejemplo, en un tiempo de interna de 5 minutos, y/o 10, minutos, y/o 15 minutos, y/o 20 minutos, y/o 25 minutos, y/o 30 minutos, y/o 35 minutos, y/o 40 minutos, y/o 45 minutos, y/o 50 minutos, y/o 55 minutos, y/o 60 minutos, y/o 65 minutos, y/o 70 minutos, y/o 75 minutos, y/o 80  
10 minutos, y/o 90 minutos, y/o 100 minutos, y/o 110 minutos, y/o 120 minutos.

En ciertas realizaciones, el tratamiento de alta cizalladura se puede realizar en una cascada de dispositivos de alta cizalladura, por ejemplo, una cascada de aparatos de mezcla de rotor/estator de alta cizalladura, por ejemplo, dos, tres, cuatro, cinco, seis o siete, ocho, nueve o diez aparatos de mezcla de rotor/estator de alta cizalladura,  
15 entintados funcionalmente en serie o en paralelo o una combinación de en serie y en paralelo. La salida de y/o la entrada a uno o más de los recipientes de alta cizalladura en la cascada pueden someterse a una o más etapas de cribado y/o una o más etapas de clasificación.

En ciertas realizaciones, el tratamiento de alta cizalladura se puede realizar en un solo dispositivo de alta cizalladura,  
20 por ejemplo, un único aparato de mezcla de rotor/estator de alta cizalladura que tiene una pluralidad de, es decir, al menos dos, zonas de alta cizalladura operativamente distintas. Por ejemplo, un aparato de mezcla de rotor/estator de alta cizalladura adecuado puede tener una pluralidad de zonas de alta cizalladura que tienen cada una su propio rotor/estator.

25 En ciertas realizaciones, la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material particulado inorgánico opcional tiene un contenido de sólidos no superior a aproximadamente el 25 % en peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa, por ejemplo, un contenido de sólidos de aproximadamente el 0,1 a aproximadamente el 20 % en peso, o de aproximadamente el 0,1 a aproximadamente el 18 % en peso, o de aproximadamente el 2 a aproximadamente el 16 % en peso, o de aproximadamente el 2 a aproximadamente el 14 %  
30 en peso de sólidos, o de aproximadamente el 4 a aproximadamente el 12 % en peso, o de aproximadamente el 4 a aproximadamente el 10 % en peso, o de aproximadamente el 5 a aproximadamente el 10 % en peso, o de aproximadamente el 5 a aproximadamente el 9 % en peso, o de aproximadamente el 5 a aproximadamente el 8,5 % en peso. En cualquier fase del proceso, se puede añadir agua adicional para modificar el contenido de sólidos de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material particulado inorgánico opcional.

35 En ciertas realizaciones, la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada tiene un contenido de sólidos de fibra de no más de aproximadamente el 8% en peso.  
La celulosa microfibrilada puede derivarse de cualquier fuente adecuada. En ciertas realizaciones, la composición que comprende celulosa microfibrilada se puede obtener mediante un proceso que comprende microfibrilar un sustrato fibroso que comprende celulosa en presencia de un medio de trituración. El proceso se lleva a cabo  
40 ventajosamente en un entorno acuoso.

En ciertas realizaciones, la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material particulado inorgánico opcional se puede obtener mediante un proceso que comprende triturar un sustrato fibroso que comprende celulosa en presencia de un medio de trituración y opcionalmente dicho material particulado inorgánico.  
45 En ciertas realizaciones, la suspensión acuosa comprende celulosa microfibrilada y material particulado inorgánico, y la suspensión acuosa se puede obtener mediante un proceso que comprende triturar un sustrato fibroso que comprende celulosa en presencia de un medio de trituración y material particulado inorgánico. Un proceso adecuado se describe en el documento WO-A-2010/131016. Por "microfibrilar" se entiende un proceso en el que las microfibrillas de celulosa se liberan o liberan parcialmente como especies individuales o como pequeños agregados  
50 en comparación con las fibras de la pulpa pre-microfibrilada. Las fibras de celulosa típicas (es decir, pulpa pre-microfibrilada) adecuadas para su uso en la fabricación de papel incluyen agregados más grandes de cientos o miles de fibrillas de celulosa individuales. Por microfibrilación de la celulosa, se imparten características y propiedades particulares, incluyendo las características y propiedades descritas en el presente documento, a la celulosa microfibrilada y a las composiciones que comprenden la celulosa microfibrilada.

55 En ciertas realizaciones, la microfibrilación se lleva a cabo en presencia de un medio de trituración que actúa para promover la microfibrilación de la celulosa pre-microfibrilada. Además, cuando está presente, el material particulado inorgánico puede actuar como un agente de microfibrilación, es decir, el material de partida de celulosa se puede microfibrilar con una entrada de energía relativamente inferior cuando se procesa conjuntamente, por ejemplo, se

tritura conjuntamente, en presencia de un material particulado inorgánico. En ciertas realizaciones, la microfibrilación se realiza mediante otros procesos conocidos en la técnica, incluyendo procesos que no se realizan en presencia de un medio de trituración.

- 5 El sustrato fibroso que comprende celulosa puede derivarse de cualquier fuente adecuada, tal como madera, hierbas (por ejemplo, caña de azúcar, bambú) o trapos (por ejemplo, desechos textiles, algodón, cáñamo o lino). El sustrato fibroso que comprende celulosa puede estar en forma de una pulpa (es decir, una suspensión de fibras de celulosa en agua), que se puede preparar mediante cualquier tratamiento químico o mecánico adecuado, o combinación de los mismos. Por ejemplo, la pulpa puede ser una pulpa química, o una pulpa quimiotermomecánica, o una pulpa mecánica, o una pulpa reciclada, o un desecho de papel, o una corriente de desperdicios de papel, o desperdicios de una fábrica de papel, o una combinación de los mismos. La pulpa de celulosa puede ser batida (por ejemplo en una batidora Valley) y/o refinada de otro modo (por ejemplo, procesamiento en un refinador cónico o de placas) a cualquier drenabilidad predeterminada, indicada en la técnica como drenabilidad estándar canadiense (CSF) en  $\text{cm}^3$ . CSF se refiere a un valor para la drenabilidad o tasa de drenaje de la pulpa medido por la tasa en que se puede drenar una suspensión de pulpa. Por ejemplo, la pulpa de celulosa puede tener una drenabilidad estándar canadiense de aproximadamente  $10 \text{ cm}^3$  o más antes de microfibrilarse. La pulpa de celulosa puede tener una CSF de aproximadamente  $700 \text{ cm}^3$  o menos, por ejemplo, igual o inferior a aproximadamente  $650 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $600 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $550 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $500 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $450 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $400 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $350 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $300 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $250 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $200 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $150 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $100 \text{ cm}^3$ , o igual o inferior a aproximadamente  $50 \text{ cm}^3$ . La pulpa de celulosa puede entonces deshidratarse por métodos bien conocidos en la técnica, por ejemplo, la pulpa puede filtrarse a través de un tamiz para obtener una lámina húmeda que comprende al menos aproximadamente el 10% de sólidos, por ejemplo, al menos aproximadamente el 15% de sólidos, o al menos aproximadamente el 20% de sólidos, o al menos aproximadamente el 30% de sólidos, o al menos aproximadamente el 40% de sólidos. La pulpa se puede utilizar en un estado no refinado, es decir sin ser batido o deshidratado, o refinado de otro modo.

- El sustrato fibroso que comprende celulosa se puede añadir a un recipiente de trituración en un estado seco. Por ejemplo, se puede añadir un desecho papel seco directamente al recipiente de trituración. El entorno acuoso en el recipiente de trituración facilitará la formación de una pulpa.

- La etapa de microfibrilación se puede llevar a cabo en cualquier aparato adecuado, incluyendo, pero sin limitación, un refinador. En una realización, la etapa de microfibrilación se realiza en un recipiente de trituración en condiciones de trituración en húmedo. En otra realización, la etapa de microfibrilación se lleva a cabo en un homogeneizador.

#### • molienda en húmedo

- La molienda es un proceso de trituración por atrición en presencia de un medio de trituración particulado. Por medio de trituración se entiende un medio distinto del material particulado inorgánico que opcionalmente se tritura conjuntamente con el sustrato fibroso que comprende celulosa. Se entenderá que el medio de trituración se elimina después de la finalización de la trituración.

- En ciertas realizaciones, el proceso de microfibrilación, por ejemplo, trituración, se lleva a cabo en ausencia de material particulado inorgánico triturable.

- El medio de trituración particulado puede ser de un material natural o sintético. El medio de trituración puede comprender, por ejemplo, bolas, perlas o gránulos de cualquier material duro mineral, cerámico o metálico. Dichos materiales pueden incluir, por ejemplo, alúmina, zirconia, silicato de zirconio, silicato de aluminio, mullita o el material rico en mullita que se produce calcinando arcilla caolínica a una temperatura en el intervalo de aproximadamente  $1300^\circ\text{C}$  a aproximadamente  $1800^\circ\text{C}$ .

- En cierta realización, el medio de trituración particulado comprende partículas que tienen un diámetro promedio en el intervalo de aproximadamente  $0,1 \text{ mm}$  a aproximadamente  $6,0 \text{ mm}$  y, más preferiblemente, en el intervalo de aproximadamente  $0,2 \text{ mm}$  a aproximadamente  $4,0 \text{ mm}$ . El medio (o medios) de trituración puede estar presente en una cantidad de hasta aproximadamente el 70% en volumen de la carga. Los medios de trituración pueden estar presentes en una cantidad de al menos aproximadamente el 10% en volumen de la carga, por ejemplo, al menos aproximadamente el 20 % en volumen de la carga, o al menos aproximadamente el 30% en volumen de la carga, o al menos aproximadamente el 40 % en volumen de la carga, o al menos aproximadamente el 50% en volumen de la

carga, o al menos aproximadamente el 60 % en volumen de la carga. En ciertas realizaciones, el medio de trituración está presente en una cantidad de aproximadamente el 30 a aproximadamente el 70 % en volumen de la carga, por ejemplo, de aproximadamente el 40 a aproximadamente el 60 % en volumen de la carga, por ejemplo, de aproximadamente el 45 a aproximadamente el 55 % en volumen de la carga.

5

Por "carga" se entiende la composición que es la alimentación suministrada al recipiente del triturador. La carga incluye agua, medios de trituración, sustrato fibroso que comprende celulosa y material particulado inorgánico, y cualquier otro aditivo opcional como se describe en el presente documento.

10 En ciertas realizaciones, el medio de trituración es un medio que comprende partículas que tienen un diámetro promedio en el intervalo de aproximadamente 0,5 mm a aproximadamente 12 mm, por ejemplo, de aproximadamente 1 a aproximadamente 9 mm, o de aproximadamente 1 mm a aproximadamente 6 mm, o aproximadamente 1 mm, o aproximadamente 2 mm, o aproximadamente 3 mm, o aproximadamente 4 mm, o aproximadamente 5 mm.

15

Los medios de trituración pueden tener una gravedad específica de al menos aproximadamente 2,5, por ejemplo, al menos aproximadamente 3, o al menos aproximadamente 3,5, o al menos aproximadamente 4,0, o al menos aproximadamente 4,5, o al menos aproximadamente 5,0, o al menos aproximadamente 5,5, o al menos aproximadamente 6,0.

20

En ciertas realizaciones, los medios de trituración comprenden partículas que tienen un diámetro promedio en el intervalo de aproximadamente 1 mm a aproximadamente 6 mm y tienen una gravedad específica de al menos aproximadamente 2,5.

25 En ciertas realizaciones, los medios de trituración comprenden partículas que tienen un diámetro promedio de aproximadamente 3 mm.

En una realización, el tamaño medio de partícula ( $d_{50}$ ) del material particulado inorgánico se reduce durante el proceso de co-trituración. Por ejemplo, el  $d_{50}$  del material particulado inorgánico puede reducirse en al menos

30 aproximadamente el 10% (según se mide por el método convencional bien conocido empleado en la técnica de dispersión de luz láser, usando una máquina Malvern Mastersizer S), por ejemplo, el  $d_{50}$  del material particulado inorgánico puede reducirse en al menos aproximadamente el 20%, o reducirse en al menos aproximadamente el 30%, o reducirse en al menos aproximadamente el 50%, o reducirse en al menos aproximadamente el 50%, o reducirse en al menos aproximadamente el 60%, o reducirse en al menos aproximadamente el 70%, o reducirse en al menos aproximadamente el 80%, o reducirse en al menos aproximadamente el 90%. Por ejemplo, un material

35 particulado inorgánico que tiene un  $d_{50}$  de 2,5  $\mu\text{m}$  antes de la co-trituración y un  $d_{50}$  de 1,5  $\mu\text{m}$  después de la co-trituración se tendrá que someter una reducción del 40% en el tamaño de partícula. En ciertas realizaciones, el tamaño medio de partícula del material particulado inorgánico no se reduce significativamente durante el proceso de co-trituración. Por "no se reduce significativamente" se entiende que el  $d_{50}$  del material particulado inorgánico se reduce en menos de aproximadamente el 10%, por ejemplo, el  $d_{50}$  del material particulado inorgánico se reduce en menos de aproximadamente el 5% durante el proceso de co-trituración.

40 El sustrato fibroso que comprende celulosa puede microfibrilarse para obtener celulosa microfibrilada que tiene un  $d_{50}$  que varía de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$  a aproximadamente 500  $\mu\text{m}$ , según se mide mediante dispersión de luz láser. El sustrato fibroso que comprende celulosa puede microfibrilarse para obtener celulosa microfibrilada que tiene un  $d_{50}$  de igual o inferior a aproximadamente 400  $\mu\text{m}$ , por ejemplo, igual o inferior a aproximadamente 300  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 200  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 150  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 125  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 90  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 80  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 70  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 60  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 50  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 40  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 30  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 20  $\mu\text{m}$ , o igual o inferior a aproximadamente 10  $\mu\text{m}$ .

45 En ciertas realizaciones, la celulosa microfibrilada de la suspensión acuosa tiene, antes de someterse a alta cizalladura, un  $d_{50}$  de la fibra de al menos aproximadamente 50  $\mu\text{m}$ , por ejemplo, al menos aproximadamente 75  $\mu\text{m}$ , o al menos aproximadamente 100  $\mu\text{m}$ , o al menos aproximadamente 110  $\mu\text{m}$ , o al menos aproximadamente 120  $\mu\text{m}$ , o al menos aproximadamente 130  $\mu\text{m}$ , o al menos aproximadamente 140  $\mu\text{m}$ , o al menos aproximadamente 150  $\mu\text{m}$ . En ciertas realizaciones, la celulosa microfibrilada de la suspensión acuosa tiene, antes de someterse a alta cizalladura, un  $d_{50}$  de la fibra de aproximadamente 100  $\mu\text{m}$  a aproximadamente 160  $\mu\text{m}$ , por ejemplo, de

aproximadamente 120 µm a aproximadamente 160 µm. Generalmente, durante el proceso de alta cizalladura, el d<sub>50</sub> de la fibra de la celulosa microfibrilada disminuirá, por ejemplo, disminuirá en al menos aproximadamente el 1 %, o al menos aproximadamente el 5 %, o al menos aproximadamente el 10 %, o al menos aproximadamente el 20 %, o al menos aproximadamente el 30 %, o al menos aproximadamente el 40 %, o al menos aproximadamente el 50 %. Por ejemplo, se diría que la celulosa microfibrilada que tiene un d<sub>50</sub> de la fibra de 120 µm antes de la alta cizalladura y un d<sub>50</sub> de la fibra de 108 µm después de la alta cizalladura ha estado sometida a una reducción del 10% en el d<sub>50</sub> de la fibra.

El sustrato fibroso que comprende celulosa puede microfibrilarse en presencia de un material particulado inorgánico para obtener celulosa microfibrilada que tiene una pendiente de la fibra igual o superior a aproximadamente 10, según se mide por Malvern. La pendiente de la fibra (es decir, la pendiente de la distribución del tamaño de partícula de las fibras) se determina mediante la siguiente fórmula:

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

La celulosa microfibrilada puede tener una pendiente de la fibra igual o inferior a aproximadamente 100. La celulosa microfibrilada puede tener una pendiente de la fibra igual o inferior a aproximadamente 75, o igual o inferior a aproximadamente 50, o igual o menor que aproximadamente 40, o igual o menor que aproximadamente 30. La celulosa microfibrilada puede tener una pendiente de la fibra de aproximadamente 20 a aproximadamente 50, o de aproximadamente 25 a aproximadamente 40, o de aproximadamente 25 a aproximadamente 35, o de aproximadamente 30 a aproximadamente 40.

En ciertas realizaciones, la celulosa microfibrilada de la suspensión acuosa que comprende tiene una pendiente de la fibra de aproximadamente 20 a aproximadamente 50.

Los procedimientos para determinar las distribuciones de tamaño de partícula de minerales y celulosa microfibrilada se describen en el documento WO-A-2010/131016. Específicamente, los procedimientos adecuados se describen en la página 40, línea 32 a la página 41, línea 34 del documento WO-A-2010/131016.

La trituración puede realizarse en un molino vertical o un molino horizontal.

En ciertas realizaciones, la trituración se realiza en un recipiente de trituración, tal como un molino de tambor (por ejemplo, de varillas, de bolas y autógeno), un molino agitado (por ejemplo, SAM o IsaMill), un molino de torre, un molino de medios agitados (SMD), o un recipiente de molienda que comprende placas de molienda paralelas giratorias entre las cuales se alimenta la alimentación a moler.

En una realización, el recipiente de trituración es un molino vertical, por ejemplo, un molino agitado, o un molino de medios agitados, o un molino de torre.

El molino vertical puede comprender un tamiz por encima de una o más zonas de molienda. En una realización, un tamiz está situado adyacente a una zona inactiva y/o un clasificador. El tamiz puede dimensionarse para separar los medios de trituración de la suspensión acuosa de producto que comprende celulosa microfibrilada y material particulado inorgánico y para mejorar la sedimentación de los medios de trituración.

En otra realización, la trituración se realiza en una trituradora apantallada, por ejemplo, un molino de medios agitados. La trituradora apantallada puede comprender uno o más tamices dimensionados para separar la suspensión acuosa de producto que comprende celulosa microfibrilada y material particulado inorgánico.

En ciertas realizaciones, el sustrato fibroso que comprende celulosa y el material particulado inorgánico están presentes en el entorno acuoso con un contenido inicial de sólidos de al menos aproximadamente el 4% en peso, de los cuales al menos aproximadamente el 2% en peso es sustrato fibroso que comprende celulosa. El contenido inicial de sólidos puede ser al menos aproximadamente del 10% en peso, o al menos aproximadamente del 20% en peso, o al menos aproximadamente del 30% en peso, o al menos aproximadamente al menos del 40% en peso. Al menos aproximadamente el 5% en peso del contenido inicial de sólidos puede ser sustrato fibroso que comprende celulosa, por ejemplo, al menos aproximadamente el 10%, o al menos aproximadamente el 15%, o al menos aproximadamente el 20% en peso del contenido inicial de sólidos puede ser sustrato fibroso que comprende celulosa. Generalmente, las cantidades relativas de sustrato fibroso que comprende celulosa y material particulado inorgánico se seleccionan para obtener una composición que comprende celulosa microfibrilada y partículas inorgánicas de acuerdo con el primer aspecto de la invención.

El proceso de trituración puede incluir una etapa de pre-trituración en la que el particulado inorgánico grueso se tritura en un recipiente de triturador hasta una distribución de tamaño de partícula predeterminada, después de lo cual el material fibroso que comprende celulosa se combina con el material particulado inorgánico pre-triturado y la trituración se continúa en el mismo o diferente recipiente de trituración hasta que se ha obtenido el nivel deseado de microfibrilación.

Dado que la suspensión del material a triturar puede ser de una viscosidad relativamente alta, se puede añadir un agente dispersante adecuado a la suspensión antes o durante la trituración. El agente dispersante puede ser, por ejemplo, un fosfato condensado soluble en agua, ácido polisilícico o una sal del mismo, o un polielectrolito, por ejemplo una sal soluble en agua de un poli(ácido acrílico) o de un poli(ácido metacrílico) que tiene un peso molecular promedio en número no superior a 80.000. La cantidad de agente dispersante utilizada generalmente estará en el intervalo del 0,1 al 2,0 % en peso, basándose en el peso del material sólido particulado inorgánico seco. La suspensión puede ser adecuadamente triturada a una temperatura en el intervalo de 4 °C a 100 °C.

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

Cuando está presente, la cantidad de material particulado inorgánico y pulpa de celulosa en la mezcla a co-triturar puede variar en una relación de aproximadamente 99,5:0,5 a aproximadamente 0,5:99,5, basándose en el peso seco de material particulado inorgánico y la cantidad de fibra seca en la pulpa, por ejemplo, una relación de aproximadamente 99,5:0,5 a aproximadamente 50:50 en base al peso seco de material particulado inorgánico y la cantidad de fibra seca en la pulpa. Por ejemplo, la relación de la cantidad de material particulado inorgánico y fibra seca puede ser de aproximadamente 99,5:0,5 a aproximadamente 70:30. En ciertas realizaciones, la relación en peso de material particulado inorgánico con respecto a fibra seca es aproximadamente 95:5. En otra realización, la relación en peso de material particulado inorgánico con respecto a fibra seca es aproximadamente 90:10. En otra realización, la relación en peso de material particulado inorgánico con respecto a fibra seca es aproximadamente 85:15. En otra realización, la relación en peso de material particulado inorgánico con respecto a fibra seca es aproximadamente 80:20.

En un proceso de microfibrilación ejemplar, la entrada de energía total por tonelada de fibra seca en el sustrato fibroso que comprende celulosa inferior a aproximadamente 10.000 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, por ejemplo, inferior a aproximadamente 9000 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, o inferior a aproximadamente 8000 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, o inferior a aproximadamente 7000 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, o inferior a aproximadamente 6000 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, o inferior a aproximadamente 5000 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, por ejemplo, inferior a aproximadamente 4000 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, inferior a aproximadamente 3000 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, inferior a aproximadamente 2000 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, inferior a aproximadamente 1500 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, inferior a aproximadamente 1200 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, inferior a aproximadamente 1000 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>, o inferior a aproximadamente 800 kWh<sup>t</sup><sup>-1</sup>. La entrada de energía total varía dependiendo de la cantidad de fibra seca en el sustrato fibroso que se microfibrila, y opcionalmente la velocidad de trituración y la duración de la trituración.

En cierta realización, la trituración se realiza en una cascada de recipientes de trituración, uno o más de los cuales puede comprender una o más zonas de trituración. Por ejemplo, el sustrato fibroso que comprende celulosa puede triturarse en una cascada de dos o más recipientes de trituración, por ejemplo, una cascada de tres o más recipientes de trituración, o una cascada de cuatro o más recipientes de trituración, o una cascada de cinco o más recipientes de trituración, o una cascada de seis o más recipientes de trituración, o una cascada de siete o más recipientes de trituración, o una cascada de ocho o más recipientes de trituración, o una cascada de nueve o más recipientes de trituración en serie, o una cascada que comprende hasta diez recipientes de trituración. La cascada de recipientes de trituración se puede entintar operativamente en serie o en paralelo o en una combinación en serie y en paralelo. La salida de y/o la entrada a uno o más de los recipientes de trituración en la cascada pueden someterse a una o más etapas de cribado y/o una o más etapas de clasificación.

En ciertas realizaciones, por ejemplo, realizaciones en las que se produce una distribución de tamaño de partícula pronunciada de la celulosa microfibrilada mediante microfibrilación del sustrato fibroso que comprende celulosa (opcionalmente en presencia del material particulado inorgánico) en un proceso discontinuo, la composición de celulosa microfibrilada (opcionalmente co-procesada) (y el material particulado inorgánico opcional) resultante (es decir, producto que contiene celulosa microfibrilada) que tiene la pendiente de celulosa microfibrilada deseada puede eliminarse por lavado del aparato de microfibrilación, por ejemplo, recipiente de trituración, con agua o cualquier otro líquido adecuado.

El material particulado inorgánico puede ser, por ejemplo, un carbonato o sulfato de metal alcalinotérreo, tal como carbonato de calcio, por ejemplo, carbonato de calcio natural y/o carbonato de calcio precipitado, carbonato de magnesio, dolomita, yeso, una arcilla kandita hidratada tal como caolín, halloysita o arcilla esférica, una arcilla kandita (calcinada) anhidra, tal como metacaolín o caolín totalmente calcinado, talco, mica, perlita o tierra de diatomeas, o hidróxido de magnesio, o trihidrato de aluminio, o combinaciones de los mismos.

En ciertas realizaciones, el material particulado inorgánico comprende o es carbonato de calcio. En lo sucesivo, la invención puede tender a analizarse en términos de carbonato cálcico, y en relación con aspectos en los que el carbonato cálcico se procesa y/o trata. La invención no debe interpretarse como limitada a tales realizaciones.

10

El carbonato de calcio particulado usado en la presente invención se puede obtener a partir de una fuente natural mediante trituración. El carbonato cálcico molido (GCC) se obtiene típicamente triturando y luego moliendo una fuente mineral tal como tiza, mármol o piedra caliza, que puede ir seguida de una etapa de clasificación del tamaño de partícula, para obtener un producto que tenga el grado deseado de finura. También se pueden usar otras técnicas tales como blanqueo, flotación y separación magnética para obtener un producto que tenga el grado deseado de finura y/o color. El material sólido particulado se puede triturar de forma autógena, es decir, por atrición entre las partículas del propio material sólido, o, como alternativa, en presencia de un medio de trituración particulado que comprende partículas de un material diferente del carbonato de calcio a triturar. Estos procesos pueden realizarse con o sin la presencia de un dispersante y biocidas, que pueden añadirse en cualquier etapa del proceso.

20

El carbonato de calcio precipitado (PCC) se puede usar como la fuente de carbonato de calcio particulado en la presente invención, y se puede producir mediante cualquiera de los métodos conocidos disponibles en la técnica. La Norma TAPPI Serie N° 30, "Paper Coating Pigments", páginas 34-35 describe los tres procesos comerciales principales para preparar carbonato de calcio precipitado que es adecuado para su uso en la preparación de productos para su uso en la industria del papel, pero también se puede usar en la práctica de la presente invención. En los tres procesos, un material de alimentación de carbonato de calcio, tal como piedra caliza, primero se calienta para producir cal viva, y la cal viva se apaga luego en agua para producir hidróxido de calcio o leche de cal. En el primer proceso, la leche de cal se carbonata directamente con dióxido de carbono gaseoso. Este proceso tiene la ventaja de que no se forma ningún subproducto, y es relativamente fácil controlar las propiedades y la pureza del producto de carbonato de calcio. En el segundo proceso, la leche de cal se pone en contacto con la ceniza de sosa para producir, por doble descomposición, un precipitado de carbonato de calcio y una solución de hidróxido de sodio. El hidróxido de sodio puede separarse sustancialmente por completo del carbonato de calcio si este proceso se usa comercialmente. En el tercer proceso comercial principal, la leche de cal se pone en contacto primero con cloruro de amonio para dar una solución de cloruro de calcio y gas amoniacal. Después, la solución de cloruro de calcio se pone en contacto con la ceniza de sosa para producir por doble descomposición carbonato de calcio precipitado y una solución de cloruro de sodio. Los cristales se pueden producir en una diversidad de formas y tamaños diferentes, dependiendo del proceso de reacción específico que se use. Las tres formas principales de cristales PCC son aragonita, romboédrica y escalenoédrica, todas las cuales son adecuadas para su uso en la presente invención, incluyendo mezclas de las mismas.

40

La molienda en húmedo de carbonato de calcio implica la formación de una suspensión acuosa de carbonato de calcio que luego puede molerse, opcionalmente en presencia de un agente dispersante adecuado. Se puede hacer referencia, por ejemplo, al documento EP-A-614948 para obtener más información sobre la molienda en húmedo de carbonato de calcio.

45

En algunas circunstancias, pueden incluirse adiciones menores de otros minerales, por ejemplo, también podrían estar presentes uno o más de caolín, caolín calcinado, wollastonita, bauxita, talco o mica.

50 Cuando el material particulado inorgánico se obtiene a partir de fuentes naturales, es posible que algunas impurezas minerales contaminen el material triturado. Por ejemplo, el carbonato de calcio de origen natural puede estar presente junto con otros minerales. Por lo tanto, en algunas realizaciones, el material particulado inorgánico incluye una cantidad de impurezas. En general, sin embargo, el material particulado inorgánico usado en la invención contendrá menos de aproximadamente el 5% en peso, preferiblemente menos de aproximadamente el 1% en peso, de otras impurezas minerales.

55

El material particulado inorgánico puede tener una distribución del tamaño de partícula de tal forma que al menos aproximadamente el 10% en peso, por ejemplo, al menos aproximadamente el 20% en peso, por ejemplo, al menos aproximadamente el 30% en peso, por ejemplo, al menos aproximadamente el 40% en peso, por ejemplo, al menos

aproximadamente el 50% en peso, por ejemplo, al menos aproximadamente el 60% en peso, por ejemplo, al menos aproximadamente el 70% en peso, por ejemplo, al menos aproximadamente el 80% en peso, por ejemplo, al menos aproximadamente el 90% en peso, por ejemplo, al menos aproximadamente el 95% en peso o, por ejemplo, aproximadamente el 100% de las partículas tengan un e.s.d de menos de 2  $\mu\text{m}$ .

5

En ciertas realizaciones, al menos aproximadamente el 50 % en peso de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2  $\mu\text{m}$ , por ejemplo, al menos aproximadamente el 55 % en peso de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2  $\mu\text{m}$ , o al menos aproximadamente el 60 % en peso de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2  $\mu\text{m}$ .

- 10 A menos que se indique de otro modo, las propiedades de tamaño de partícula a las que se hace referencia en el presente documento para los materiales particulados inorgánicos se miden de una manera bien conocida por sedimentación del material particulado en una condición completamente dispersa en un medio acuoso usando una máquina Sedigraph 5100 suministrada por Micromeritics Instruments Corporation, Norcross, Georgia, Estados Unidos (Sitio web: [www.micromeritics.com](http://www.micromeritics.com)), denominada en el presente documento "unidad Micromeritics Sedigraph
- 15 5100". Dicha máquina proporciona medidas y un gráfico del porcentaje acumulativo en peso de partículas que tienen un tamaño, al que se hace referencia en la técnica como el "diámetro esférico equivalente" (e.s.d), menor que los valores dados de e.s.d. El tamaño de partícula medio  $d_{50}$  es el valor determinado de esta manera de la partícula e.s.d en la que hay un 50% en peso de las partículas que tienen un diámetro esférico equivalente menor que el valor de  $d_{50}$ .

20

- Como alternativa, cuando se indica, las propiedades de tamaño de partícula a las que se hace referencia en el presente documento para los materiales particulados inorgánicos se miden por el método convencional bien conocido empleado en la técnica de dispersión de luz láser, usando una máquina Malvern Mastersizer S proporcionada por Malvern Instruments Ltd (o por otros métodos que dan esencialmente el mismo resultado). En la
- 25 técnica de dispersión de luz láser, el tamaño de las partículas en polvos, suspensiones y emulsiones se puede medir usando la difracción de un rayo láser, basado en una aplicación de la teoría de Mie. Dicha máquina proporciona medidas y un gráfico del porcentaje acumulativo en volumen de partículas que tienen un tamaño, al que se hace referencia en la técnica como el "diámetro esférico equivalente" (e.s.d), menor que los valores dados de e.s.d. El tamaño de partícula medio  $d_{50}$  es el valor determinado de esta manera de la partícula e.s.d en la que hay un 50% en volumen de las partículas que tienen un diámetro esférico equivalente menor que el valor de  $d_{50}$ .
- 30

- Por lo tanto, en otra realización, el material particulado inorgánico puede tener una distribución del tamaño de partícula, según se mide por el método convencional bien conocido empleado en la técnica de la dispersión de luz láser, de tal forma que al menos aproximadamente el 10% en volumen, por ejemplo, al menos aproximadamente el
- 35 20% en volumen, por ejemplo, al menos aproximadamente el 30% en volumen, por ejemplo, al menos aproximadamente el 40% en volumen, por ejemplo, al menos aproximadamente el 50% en volumen, por ejemplo, al menos aproximadamente el 60% en volumen, por ejemplo, al menos aproximadamente el 70% en volumen, por ejemplo, al menos aproximadamente el 80% en volumen, por ejemplo, al menos aproximadamente el 90% en volumen, por ejemplo, al menos aproximadamente el 95% en volumen, o por ejemplo, aproximadamente el 100% en
- 40 volumen de las partículas tienen un e.s.d de menos de 2  $\mu\text{m}$ .

- En ciertas realizaciones, al menos aproximadamente el 50 % en volumen de las partículas tienen una e.s.d. de menos de 2  $\mu\text{m}$ , por ejemplo, al menos aproximadamente el 55 % en volumen de las partículas tienen una e.s.d. de menos de 2  $\mu\text{m}$ , o al menos aproximadamente el 60 % en volumen de las partículas tienen una e.s.d. de menos de 2
- 45  $\mu\text{m}$ .

- Los detalles del procedimiento que pueden usarse para caracterizar las distribuciones de tamaños de partícula de mezclas de material particulado inorgánico y celulosa microfibrilada usando el método convencional bien conocido empleado en la técnica de la dispersión de luz láser se han analizado anteriormente.

50

- En ciertas realizaciones, el material particulado inorgánico es arcilla de caolín. En lo sucesivo, esta sección de la memoria descriptiva puede ser analizada en términos de caolín, y en relación con aspectos en los que el caolín se procesa y/o se trata. La invención no debe interpretarse como limitada a tales realizaciones. Por lo tanto, en algunas realizaciones, el caolín se usa en una forma no procesada.

55

La arcilla de caolín usada en esta invención puede ser un material procesado derivado de una fuente natural, concretamente mineral de arcilla de caolín natural en bruto. La arcilla de caolín procesada puede contener típicamente al menos aproximadamente el 50% en peso de caolinita. Por ejemplo, la mayoría de las arcillas de caolín procesadas comercialmente contienen más de aproximadamente el 75% en peso de caolinita y pueden

contener más de aproximadamente el 90%, en algunos casos más de aproximadamente el 95% en peso de caolinita.

La arcilla de caolín usada en la presente invención se puede preparar a partir del mineral de caolín natural en bruto por uno o más procesos diferentes que son bien conocidos por los expertos en la técnica, por ejemplo, por etapas conocidas de refinado o beneficiado.

Por ejemplo, el mineral de arcilla puede blanquearse con un agente blanqueador reductor, tal como hidrosulfito de sodio. Si se usa hidrosulfito de sodio, el mineral de arcilla blanqueado puede opcionalmente deshidratarse, y opcionalmente lavarse y nuevamente opcionalmente deshidratarse, después de la etapa de blanqueamiento con hidrosulfito de sodio.

El mineral de arcilla se puede tratar para eliminar impurezas, por ejemplo, mediante técnicas de floculación, flotación o separación magnética bien conocidas en la técnica. Como alternativa, el mineral de arcilla utilizado en el primer aspecto de la invención puede no tratarse en forma de un sólido o como una suspensión acuosa.

El proceso para preparar la arcilla de caolín en partículas usada en la presente invención también puede incluir una o más etapas de conminución, por ejemplo, trituración o molienda. La conminución ligera de un caolín grueso se usa para proporcionar una deslaminación adecuada de la misma. La conminución se puede llevar a cabo mediante el uso de perlas o gránulos de un auxiliar de trituración o molienda de plástico (por ejemplo, nylon), arena o cerámica. El caolín grueso puede refinarse para eliminar las impurezas y mejorar las propiedades físicas usando procedimientos bien conocidos. La arcilla de caolín se puede tratar mediante un procedimiento conocido de clasificación del tamaño de partícula, por ejemplo, cribado y centrifugación (o ambos), para obtener partículas que tengan un valor de  $d_{50}$  deseado o una distribución de tamaño de partículas.

En ciertas realizaciones, el producto retirado del proceso de alta cizalladura se trata para eliminar al menos una porción o sustancialmente toda el agua para formar un producto parcialmente seco o esencialmente completamente seco. Por ejemplo, al menos aproximadamente el 10 % en volumen, por ejemplo, al menos aproximadamente el 20% en volumen, o al menos aproximadamente el 30% en volumen, o al menos aproximadamente el 40% en volumen, o al menos aproximadamente el 50% en volumen, o al menos aproximadamente el 60% en volumen, o al menos aproximadamente el 70% en volumen, o al menos aproximadamente el 80 % en volumen, o al menos aproximadamente el 90% en volumen, o al menos aproximadamente el 100% en volumen de agua en el producto del proceso de co-trituración puede eliminarse. Se puede usar cualquier técnica adecuada para eliminar agua del producto, incluyendo, por ejemplo, mediante drenaje por gravedad o asistido por vacío, con o sin presión, o por evaporación, o por filtración, o mediante una combinación de estas técnicas. El producto parcialmente seco o esencialmente completamente seco comprenderá celulosa microfibrilada y, cuando esté presente, material particulado inorgánico y cualquier otro aditivo opcional que pueda haberse añadido antes del secado. El producto parcialmente seco o esencialmente completamente seco se puede rehidratar e incorporar opcionalmente en composiciones de fabricación de papel y productos de papel, como se describe en el presente documento.

Como se ha analizado anteriormente, se ha encontrado que la celulosa microfibrilada obtenida mediante el proceso de acuerdo con el documento WO-A-2010/131016 tiene atributos potenciadores de la resistencia al estallido de papel ventajosos. Sin embargo, los presentes inventores han descubierto que los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada no pueden mejorarse adicionalmente mediante una trituración adicional sola. A este respecto, y sin desear quedar ligado a la teoría, parece que se alcanza un punto de equilibrio en el proceso de trituración más allá del cual, independientemente de la cantidad de energía adicional aplicada a través de la trituración, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada no pueden mejorarse adicionalmente. Los presentes inventores han encontrado inesperadamente, sin embargo, que sometiendo celulosa microfibrilada, tal como la obtenida mediante el proceso de trituración descrito en el documento WO-A-2010/131016, a un tratamiento de alta cizalladura, de acuerdo con el primer aspecto descrito anteriormente, pueden mejorarse uno o más atributos potenciadores de las propiedades del papel de la celulosa microfibrilada, por ejemplo, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada. En otras palabras, se ha encontrado que el papel que comprende la celulosa microfibrilada que puede obtenerse por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene una propiedad o propiedades de papel mejoradas (por ejemplo, resistencia al estallido) con respecto a un papel que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada, que no se ha sometido al proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento, tal como la celulosa microfibrilada obtenida mediante el proceso de trituración descrito en el documento WO-A-2010/131016.

La resistencia al estallido del papel puede determinarse usando un comprobador de estallido Messemer Buchnel de acuerdo con SCAN P24. Se proporcionan detalles adicionales en los Ejemplos a continuación.

Como se ha descrito anteriormente, un papel hecho puramente a partir de una pulpa fibrosa tendrá una mayor resistencia al estallido del papel que un papel comparable en el que una porción de la pulpa fibrosa se ha reemplazado por una carga, por ejemplo, una carga mineral. Por lo tanto, la resistencia al estallido del papel de un papel relleno se expresa usualmente como un porcentaje de la resistencia al estallido del papel sin rellenar. Cuando se usa como carga en papel, por ejemplo, como reemplazo o reemplazo parcial de una carga mineral convencional, inesperadamente se encontró que la celulosa microfibrilada obtenida por el proceso descrito en documento WO-A-2010/131016, opcionalmente en combinación con material particulado inorgánico, mejoraba las propiedades de resistencia al estallido del papel. Es decir, en relación con un papel relleno con una carga exclusivamente mineral, se encontró que el papel relleno con celulosa microfibrilada tenía una resistencia al estallido mejorada. En otras palabras, se descubrió que el relleno de celulosa microfibrilada tenía atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel.

En ciertas realizaciones, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada obtenida por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento aumentan en al menos aproximadamente el 1%, por ejemplo, al menos aproximadamente el 5%, o al menos aproximadamente el 10% en comparación con los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada antes del tratamiento de alta cizalladura. En otras palabras, en ciertas realizaciones, el papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene una resistencia al estallido del papel mayor que la resistencia al estallido del papel de un papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada, tal como celulosa microfibrilada obtenida por el proceso de trituración descrito en el documento WO-A-2010/131016, que no ha sido sometido al proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento, por ejemplo, una resistencia al estallido del papel que es al menos aproximadamente un 1% mayor, o al menos aproximadamente un 5% mayor, o al menos aproximadamente un 10% mayor.

En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenida por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento presenta, adicionalmente o como alternativa, una o más propiedades ventajosas distintas de la resistencia mejorada al estallido del papel. Por ejemplo, el papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenida por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento puede presentar un índice de estallido mejorado, o resistencia a la tracción mejorada (por ejemplo, índice de tracción en la dirección de la máquina), o resistencia al desgarro mejorada (por ejemplo, índice de desgarro en la dirección transversal), resistencia en la dirección z mejorada (adhesión interna) (también conocida como resistencia de adhesión Scott), o porosidad mejorada (reducida) (por ejemplo, porosidad Bendsten), o lisura mejorada (por ejemplo, lisura Bendsten), u opacidad mejorada, o cualquier combinación de las mismas.

En una realización, el índice de estallido se determina usando un comprobador de resistencia al estallido L&W basado en el método TAPPI T 403 om-91. En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene un índice de estallido que es mayor que el índice de estallido de un papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada, tal como celulosa microfibrilada obtenida por un proceso de trituración descrito en el documento WO-A-2010/131016, que no ha sido sometido al proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento, por ejemplo, un índice de estallido que es al menos aproximadamente un 1% mayor, o al menos aproximadamente un 5% mayor, o al menos aproximadamente un 10% mayor. En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene un índice de estallido de al menos aproximadamente  $1,25 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$ , por ejemplo, al menos aproximadamente  $1,30 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$ , o al menos aproximadamente  $1,32 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$ , o al menos aproximadamente  $1,34 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$ , o al menos aproximadamente  $1,36 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$ , por ejemplo, de aproximadamente  $1,25 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$  a aproximadamente  $1,50 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$ , o de aproximadamente  $1,25 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$  a aproximadamente  $1,45 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$ , o de aproximadamente  $1,25 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$  a aproximadamente  $1,40 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$ , o de aproximadamente  $1,30 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$  a aproximadamente  $1,40 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$ , o de aproximadamente  $1,32 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$  a aproximadamente  $1,40 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$ , o de aproximadamente  $1,34 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$  a aproximadamente  $1,38 \text{ kPa m}^2 \text{ g}^{-1}$ .

En una realización, la resistencia a la tracción (por ejemplo, índice de tracción en la dirección de la máquina) se determina usando un comprobador de tracción Testometrics de acuerdo con SCAN P16. En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene una resistencia a la tracción que es mayor que la resistencia a la tracción de un papel

comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada, tal como celulosa microfibrilada obtenida por un proceso de trituración descrito en el documento WO-A-2010/131016, que no ha sido sometido al proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento, por ejemplo, una resistencia a la tracción que es al menos aproximadamente un 1% mayor, o al menos aproximadamente un 5% mayor, o al menos aproximadamente un 10% mayor. En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene un índice de tracción en la dirección de la máquina de al menos aproximadamente 31,5 Nm g<sup>-1</sup>, por ejemplo, al menos aproximadamente 32,0 Nm g<sup>-1</sup>, o al menos aproximadamente 32,5 Nm g<sup>-1</sup>, o al menos aproximadamente 33,0 Nm g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 32,0 Nm g<sup>-1</sup> a aproximadamente 50,0 Nm g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 32,0 Nm g<sup>-1</sup> a aproximadamente 45 Nm g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 32,0 Nm g<sup>-1</sup> a aproximadamente 45 Nm g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 32,0 Nm g<sup>-1</sup> a aproximadamente 40 Nm g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 32,0 Nm g<sup>-1</sup> a aproximadamente 35 Nm g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 33,0 Nm g<sup>-1</sup> a aproximadamente 35 Nm g<sup>-1</sup>.

En una realización, el índice de resistencia al desgarro en dirección transversal se determina de acuerdo con el método TAPPI T414 om-04 (resistencia al desgarro interno del papel (método de tipo Elmendorf). En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene un índice de resistencia al desgarro que es mayor que el índice de resistencia al desgarro de un papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada, tal como celulosa microfibrilada obtenida por un proceso de trituración descrito en el documento WO-A-2010/131016, que no ha sido sometido al proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento, por ejemplo, un índice de resistencia al desgarro que es al menos aproximadamente un 1% mayor, o al menos aproximadamente un 5% mayor, o al menos aproximadamente un 10% mayor. En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene un índice de resistencia al desgarro de al menos aproximadamente 5,45 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, por ejemplo, al menos aproximadamente 5,50 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, o al menos aproximadamente 5,60 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, o al menos aproximadamente 5,70 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, o al menos aproximadamente 5,80 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, por ejemplo, de aproximadamente 5,45 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> a aproximadamente 6,50 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 5,45 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> a aproximadamente 6,25 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 5,45 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> a aproximadamente 6,00 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 5,55 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> a aproximadamente 6,00 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 5,65 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> a aproximadamente 6,00 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 5,75 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> a aproximadamente 6,50 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, o de aproximadamente 5,80 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> a aproximadamente 6,00 mN m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>.

En una realización, la resistencia en la dirección z (adhesión interna) se determina usando un comprobador de adhesión Scott de acuerdo con TAPPI T569. En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene una resistencia en la dirección z (adhesión interna (Scott)) que es mayor que la resistencia en la dirección z (adhesión interna (Scott)) de un papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada, tal como celulosa microfibrilada obtenida por un proceso de trituración descrito en el documento WO-A-2010/131016, que no ha sido sometido al proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento, por ejemplo, una resistencia en la dirección z (adhesión interna (Scott)) que es al menos aproximadamente un 1 % mayor, o al menos aproximadamente un 5 % mayor, o al menos aproximadamente un 10% mayor, o al menos aproximadamente un 20 % mayor, o al menos aproximadamente un 30 % mayor, o al menos aproximadamente un 40 % mayor, o al menos aproximadamente un 50 % mayor. En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene una resistencia en la dirección z (adhesión interna (Scott)) de al menos aproximadamente 130,0 J m<sup>-2</sup>, por ejemplo, al menos aproximadamente 150,0 J m<sup>-2</sup>, o al menos aproximadamente 170,0 J m<sup>-2</sup>, o al menos aproximadamente 180,0 J m<sup>-2</sup>, o al menos aproximadamente 190,0 J m<sup>-2</sup>, por ejemplo, de aproximadamente 130,0 J m<sup>-2</sup> a aproximadamente 250,0 J m<sup>-2</sup>, o de aproximadamente 130,0 J m<sup>-2</sup> a aproximadamente 230,0 J m<sup>-2</sup>, o de aproximadamente 150,0 J m<sup>-2</sup>, a aproximadamente 210,0 J m<sup>-2</sup>, o de aproximadamente 170,0 J m<sup>-2</sup> a aproximadamente 210 J m<sup>-2</sup>, o de aproximadamente 180,0 J m<sup>-2</sup>, a aproximadamente 210,0 J m<sup>-2</sup>, o de aproximadamente 190,0 J m<sup>-2</sup>, a aproximadamente 200,0 J m<sup>-2</sup>.

En una realización, la porosidad se determina usando un comprobador de porosidad Bendsten Modelo 5 de acuerdo con SCAN P21, SCAN P60, BS 4420 y TAPPI UM 535. En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene una porosidad que es inferior a la porosidad de un papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada, tal como celulosa microfibrilada obtenida por un proceso de trituración descrito en el documento WO-A-2010/131016, que no ha sido sometido al proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento, por ejemplo, una porosidad que es al menos aproximadamente un 1 % inferior, o al menos

aproximadamente un 5 % inferior, o al menos aproximadamente un 10% inferior, o al menos aproximadamente un 20 % inferior, o al menos aproximadamente un 30 % inferior, o al menos aproximadamente un 40 % inferior, o al menos aproximadamente un 40 % inferior, o al menos aproximadamente un 60 % inferior, o al menos aproximadamente un 70 % inferior, o al menos aproximadamente un 80 % inferior. En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible mediante el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene una porosidad Bendsten que es menor de aproximadamente  $1000 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , por ejemplo, menor de aproximadamente  $950 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o menor de aproximadamente  $900 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o menor de aproximadamente  $875 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o menor de aproximadamente  $850 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o menor de aproximadamente  $825 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o menor de aproximadamente  $815 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o menor de aproximadamente  $805 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , por ejemplo, de aproximadamente  $700 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$  a aproximadamente  $1000 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o de aproximadamente  $750 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$  a aproximadamente  $950 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o de aproximadamente  $750 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$  a aproximadamente  $900 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o de aproximadamente  $750 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$  a menos de aproximadamente  $850 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ .

En una realización, la lisura de Bendsten se determina de acuerdo con SCAN P 21:67. En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene una lisura que es mayor que la lisura de un papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada, tal como celulosa microfibrilada obtenida por un proceso de trituración descrito en el documento WO-A-2010/131016, que no ha sido sometido al proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento, por ejemplo, una lisura que es al menos aproximadamente un 1 % mayor, o al menos aproximadamente un 5 % mayor, o al menos aproximadamente un 10% mayor, o al menos aproximadamente un 20 % mayor, o al menos aproximadamente un 30 % mayor. En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible mediante el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene una lisura Bendsten de al menos aproximadamente  $560 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , por ejemplo, al menos aproximadamente  $580 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o al menos aproximadamente  $600 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o al menos aproximadamente  $620 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o al menos aproximadamente  $640 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o al menos aproximadamente  $660 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o al menos aproximadamente  $680 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , por ejemplo, de aproximadamente  $560 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$  a aproximadamente  $800 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o de aproximadamente  $600 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$  a aproximadamente  $750 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o de aproximadamente  $640 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$  a aproximadamente  $725 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ , o de aproximadamente  $660 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$  a aproximadamente  $705 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ .

En una realización, se mide la opacidad de la muestra de papel ( $80 \text{ g}^2$ ) por medio de un espectrofotómetro Elrepho Datacolor 3300 usando una longitud de onda apropiada para la medición de la opacidad. El método de prueba estándar es ISO 2471. Primero, se realiza una medición del porcentaje de la luz incidente reflejada con una pila de al menos diez hojas de papel sobre una cavidad negra (Rinfinity). La pila de hojas se reemplaza entonces con una sola hoja de papel, y se realiza una segunda medición del porcentaje de reflectancia de la hoja individual en la cubierta negra (R). El porcentaje de opacidad se calcula después a partir de la fórmula: Porcentaje de opacidad =  $100 \times R/\text{Rinfinity}$ . En ciertas realizaciones, un producto de papel que comprende la celulosa microfibrilada obtenible por el proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento tiene una opacidad que es mayor que la opacidad de un papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada, tal como celulosa microfibrilada obtenida por un proceso de trituración descrito en el documento WO-A-2010/131016, que no ha sido sometido al proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento, por ejemplo, una opacidad que es al menos aproximadamente un 0,10 % mayor, o al menos aproximadamente un 0,15 % mayor, o al menos aproximadamente un 0,20 % mayor, o al menos aproximadamente un 0,25 % mayor, o al menos aproximadamente un 0,30 % mayor.

El producto posterior a alta cizalladura que comprende celulosa microfibrilada tendrá típicamente una viscosidad que es mayor que la viscosidad de la celulosa microfibrilada antes del tratamiento de alta cizalladura. En ciertas realizaciones, el producto posterior a la alta cizalladura que comprende celulosa microfibrilada y material particulado inorgánico opcional puede tener una viscosidad Brookfield (husillo n.º 4, a 10 rpm, y un contenido de fibra del 1,5% en peso) de al menos aproximadamente 2.000 MPa.s, por ejemplo, de aproximadamente 2.500 a aproximadamente 13.000 MPa.s, o de aproximadamente 2.500 a aproximadamente 11.000 MPa.s, o de aproximadamente 3.000 a aproximadamente 9.000 MPa.s, o de aproximadamente 3.000 a aproximadamente 7.000 MPa.s, o de aproximadamente 3.500 a aproximadamente 6.000 MPa.s, o de aproximadamente 4.000 a aproximadamente 6.000 MPa.s. La viscosidad Brookfield se determina de acuerdo con el siguiente procedimiento. Una muestra de la composición, por ejemplo, el producto posterior a la alta cizalladura se diluye con suficiente agua para proporcionar un contenido de fibra del 1,5% en peso. Después, la muestra diluida se mezcla bien y se mide su viscosidad usando un viscosímetro Brookfield R.V. (husillo N.º 4) a 10 rpm. La lectura se toma después de 15 segundos para permitir que la muestra se estabilice.

Se resume un proceso integrado para la preparación de celulosa microfibrilada en la Figura 3. El agua (2), la pulpa

de fibra (4) y el material particulado inorgánico opcional (6) se suministran a un recipiente de trituración (8), por ejemplo, un molino de torre o un molino de medios agitados, que contiene un medio de trituración adecuado (no mostrado). La pulpa de fibra se tritura en presencia del medio de trituración y el material particulado inorgánico opcional de acuerdo con el proceso descrito a continuación y/o de acuerdo con el proceso para preparar celulosa microfibrilada como se describe en el documento WO-A-2010/131016. La suspensión acuosa resultante que comprende celulosa microfibrilada (10) y material particulado inorgánico opcional se alimenta a continuación a un mezclador de alta cizalladura en línea (12). La trituradora está equipada con un tamiz o tamices (no mostrados) dimensionados apropiadamente para separar los medios de trituración de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material particulado inorgánico opcional. Opcionalmente, la suspensión acuosa, o una porción de la misma, puede suministrarse a un tanque de mezcla (14) y combinarse con más cantidad de agua (16) para reducir su contenido de sólidos, produciendo una suspensión acuosa de contenido reducido de sólidos (18), y luego suministrarse al mezclador de alta cizalladura en línea (12). Por ejemplo, si el contenido de sólidos de la suspensión acuosa extraída de la trituradora es mayor de aproximadamente el 10%, entonces puede dirigirse al tanque de mezcla para reducir el contenido de sólidos a menos del 10%. La suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material particulado inorgánico opcional se somete a alta cizalladura en el mezclador de alta cizalladura en línea. Periódicamente, el producto posterior a la alta cizalladura (20) puede recircularse al tanque de mezcla (14) para una mezcla adicional y una dilución adicional opcional. Se extrae un producto posterior a la alta cizalladura final (22) del mezclador de alta cizalladura en línea (12) y se pasa a una zona de procesamiento adicional (24). La zona de procesamiento adicional (24) puede comprender medios (no mostrados) para incorporar el producto posterior a la alta cizalladura a una composición de fabricación de papel, y medios (no mostrados) para fabricar un producto de papel a partir de la composición de fabricación de papel. La zona de procesamiento adicional (24) también puede comprender medios (no mostrados) para recubrir el producto de papel.

En ciertas realizaciones, la celulosa microfibrilada, antes del tratamiento de alta cizalladura, se prepara en una primera ubicación y se somete a alta cizalladura en una segunda ubicación separada, por ejemplo, distante, de la primera ubicación. La celulosa microfibrilada preparada en la primera ubicación puede transportarse a la segunda ubicación por carretera, ferrocarril, barco o aire, o por tubería, o cualquier combinación de los mismos. En ciertas realizaciones, la celulosa microfibrilada preparada en la primera ubicación se trata para reducir su contenido de agua y opcionalmente se combina con otros aditivos, por ejemplo, floculantes, conservantes y/o biocidas, y luego se transporta a la segunda ubicación, donde puede reducirse a un contenido de sólidos adecuado y someterse a un tratamiento de alta cizalladura. Otros aditivos incluyen, por ejemplo, uno o más floculantes de poliacrilamida catiónicamente modificados de alta masa molecular, y/o uno o más biocidas de BIT (2-Bencisotiazolin-3-ona), CMIT (5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona) y MIT (metilisotiazolinona) (disponibles en The Dow Chemical Company), biocida de DBNPA (disponible en The Dow Chemical Company), peróxido de hidrógeno, glutaraldehído y/o THPS (sulfato de tetraquis(hidroximetil) fosfonio). Pueden añadirse mezclas de BIT, MIT y CMIT, por ejemplo, una mezcla de BIT y MIT, o una combinación de CMIT y MIT. Para el transporte, la celulosa microfibrilada puede estar en forma de un producto parcialmente seco o esencialmente seco, como se describe en el presente documento. Se puede utilizar cualquier técnica adecuada para eliminar el agua del producto de celulosa microfibrilada, por ejemplo, mediante drenaje por gravedad o asistido por vacío, con o sin presión, o mediante presión, o por evaporación, o por filtración, o mediante una combinación de estas técnicas. Por ejemplo, en la primera ubicación, el contenido de agua de la celulosa microfibrilada puede reducirse a menos de aproximadamente el 80 % en volumen, o menos de aproximadamente el 70 % en volumen, o menos de aproximadamente el 60 % en volumen, o menos de aproximadamente el 50 % en volumen, o menos de aproximadamente el 40 % en volumen, o menos de aproximadamente el 30 % en volumen, o menos de aproximadamente el 20 % en volumen, o menos de aproximadamente el 15 % en volumen, o menos del 10 % en volumen, o menos de aproximadamente el 5 % en volumen, o menos de aproximadamente el 2 % en volumen, o menos de aproximadamente el 1 % en volumen, en base al volumen total del producto de celulosa microfibrilada antes de la eliminación de agua, antes de transportarse a la segunda ubicación. La distancia, determinada por el modo y la ruta de transporte, entre la primera ubicación y la segunda ubicación puede estar entre aproximadamente 100 metros y aproximadamente 10,000 km, por ejemplo, entre aproximadamente 1 km y aproximadamente 7, 500 km, o entre aproximadamente 1 km y aproximadamente 5.000 km, o al menos aproximadamente 10 km, o al menos aproximadamente 50 km, o al menos aproximadamente 100 km, o al menos aproximadamente 250 km, o al menos aproximadamente 500 km, o al menos aproximadamente 750 km, o al menos aproximadamente 1.000 km.

#### 55 **Productos de papel y composiciones de fabricación de papel**

El término "producto de papel", como se usa en relación con la presente invención, debe entenderse que significa todas las formas de papel, incluida el cartón tal como, por ejemplo, cartón con revestimiento blanco y cartón de revestimiento, cartón, cartulina, cartón revestido, y similares. Existen numerosos tipos de papel, revestidos o no

revestidos, que se pueden fabricar de acuerdo con la presente invención, incluyendo papel adecuado para libros, revistas, periódicos y similares, y papel de oficina. El papel puede ser calandrado o supercalandrado según corresponda; por ejemplo, puede prepararse papel de revista súper calandrado para rotograbado e impresión offset de acuerdo con los presentes métodos. El papel adecuado para el revestimiento de peso ligero (LWC), el  
 5 revestimiento de peso medio (MWC) o la pigmentación finalizada a máquina (MFP) también se puede fabricar de acuerdo con los presentes métodos. El papel y cartón revestidos que tienen propiedades de barrera adecuadas para el envasado de alimentos y similares también se pueden preparar de acuerdo con los presentes métodos.

En ciertas realizaciones, el producto de papel comprende de aproximadamente el 0,1 a aproximadamente el 10 %  
 10 en peso de celulosa microfibrilada que se ha sometido a alta cizalladura de acuerdo con los procesos descritos en el presente documento, por ejemplo, de aproximadamente el 0,1 a aproximadamente el 8,0 % en peso de celulosa microfibrilada, o de aproximadamente el 0,1 a aproximadamente el 7,0 % en peso de celulosa microfibrilada, o de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 6,0 % en peso de celulosa microfibrilada, o de aproximadamente 0,25 a aproximadamente 6,0 % en peso de celulosa microfibrilada, o de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 6,0 %  
 15 en peso de celulosa microfibrilada, o de aproximadamente 1,0 a aproximadamente 6,0 % en peso de celulosa microfibrilada, o de aproximadamente 1,5 a aproximadamente 6,0 % en peso de celulosa microfibrilada, o de aproximadamente 2,0 a aproximadamente 6,0 % en peso de celulosa microfibrilada, o de aproximadamente 2,5 a aproximadamente 5,5 % en peso de celulosa microfibrilada, o de aproximadamente 2,5 a aproximadamente 5,0 % en peso de celulosa microfibrilada.

20 En ciertas realizaciones, el producto de papel comprende de aproximadamente el 1 a aproximadamente el 50 % en peso de material particulado inorgánico, por ejemplo, de aproximadamente el 5 a aproximadamente el 45 % en peso de material particulado inorgánico, o de aproximadamente el 10 a aproximadamente el 45 % en peso de material particulado inorgánico, o de aproximadamente el 15 a aproximadamente el 45 % en peso de material particulado  
 25 inorgánico, o de aproximadamente el 20 a aproximadamente el 45 % en peso de material particulado inorgánico, o de aproximadamente el 25 a aproximadamente el 45 % en peso de material particulado inorgánico, o de aproximadamente el 30 a aproximadamente el 45 % en peso de material particulado inorgánico, o de aproximadamente el 35 a aproximadamente el 45 % en peso de material particulado inorgánico o de aproximadamente el 20 a aproximadamente el 40 % en peso de material particulado inorgánico, o de  
 30 aproximadamente el 30 a aproximadamente el 50 % en peso de material particulado inorgánico, o de aproximadamente el 30 a aproximadamente el 40 % en peso de material particulado inorgánico, o de aproximadamente el 40 a aproximadamente el 50 % en peso de material particulado inorgánico.

El producto de papel puede comprender otros aditivos opcionales incluyendo, pero sin limitación, dispersante,  
 35 biocida, auxiliares de suspensión, sal o sales y otros aditivos, por ejemplo, almidón o carboximetil celulosa o polímeros, que pueden facilitar la interacción de partículas minerales y fibras.

En ciertas realizaciones, el producto de papel tiene una resistencia al estallido del papel que se mejora en relación con un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada, tal como  
 40 celulosa microfibrilada obtenida por el proceso de trituración descrito en el documento WO-A-2010/131016, que no se ha sometido al proceso de alta cizalladura descrito en el presente documento.

En ciertas realizaciones, el producto de papel tiene una resistencia al estallido de al menos aproximadamente 85 según se determina usando un comprobador de estallido Messmer Buchnel de acuerdo con SCAN P24, por  
 45 ejemplo, al menos aproximadamente 86, o al menos aproximadamente 87, o al menos aproximadamente 88, o al menos aproximadamente 89, o al menos aproximadamente 90, o al menos aproximadamente 91, o al menos aproximadamente 92, o al menos aproximadamente 93, o al menos aproximadamente 94, o al menos aproximadamente 95.

50 También se proporciona una composición de fabricación de papel que se puede usar para preparar los productos de papel de la presente invención.

En un proceso típico de fabricación de papel, se prepara una pulpa que contiene celulosa mediante cualquier tratamiento químico o mecánico adecuado, o combinación de los mismos, que se conocen bien en la técnica. La  
 55 pulpa puede derivarse de cualquier fuente adecuada, tal como madera, hierbas (por ejemplo, caña de azúcar, bambú) o trapos (por ejemplo, desechos textiles, algodón, cáñamo o lino). La pulpa puede blanquearse de acuerdo con procesos que son bien conocidos por los expertos en la técnica y los procesos adecuados para su uso en la presente invención serán fácilmente evidentes. La pulpa de celulosa blanqueada se puede batir, refinar, o ambos, hasta una drenabilidad predeterminado (indicada en la técnica como drenabilidad estándar canadiense (CSF) en

cm<sup>3</sup>). A continuación, se prepara una solución madre de papel adecuada a partir de la pulpa blanqueada y batida.

La composición de fabricación de papel de la presente invención comprende cantidades adecuadas de pulpa, material particulado inorgánico opcional, y otros aditivos convencionales opcionales conocidos en la técnica, para

5 obtener un producto de papel de acuerdo con la invención a partir de la misma.

La composición de fabricación de papel también puede contener un sistema auxiliar de retención no iónico, catiónico o aniónico o de retención de micropartículas en una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 0,01 al 2% en peso, basado en el peso del producto de papel. En general, cuanto mayor es la cantidad de material particulado inorgánico, mayor es la cantidad de auxiliar de retención. También puede contener un agente de encolado que

10 puede ser, por ejemplo, un dímero de alquilceteno de cadena larga, una emulsión de cera o un derivado de ácido succínico. La composición de fabricación de papel también puede contener colorante y/o un agente abrillantador óptico. La composición de fabricación de papel también puede comprender auxiliares de resistencia en seco y en húmedo tales como, por ejemplo, almidón o copolímeros de epíclorhidrina.

15 En ciertas realizaciones, el producto de papel puede estar revestido con una composición de revestimiento.

La composición de revestimiento puede ser una composición que imparte ciertas cualidades al papel, incluyendo peso, brillo superficial, lisura o absorbencia de tinta reducida. Por ejemplo, se puede usar una composición que contiene carbonato de calcio o caolín para recubrir el papel del producto de papel. Una composición de

20 revestimiento puede incluir aglutinante, por ejemplo, látex de estireno-butadieno y aglutinantes orgánicos naturales tales como almidón. La formulación de revestimiento también puede contener otros aditivos conocidos para composiciones de revestimiento. El aditivo ejemplar se describe en el documento WO-A-2010/131016 de la página 21, línea 15 a la página 24, línea 2.

25 En ciertas realizaciones, la composición de revestimiento puede comprender celulosa microfibrilada obtenida mediante los procesos descritos en el presente documento, por ejemplo, celulosa microfibrilada obtenible mediante el proceso de acuerdo con el primer aspecto de la presente invención y/o celulosa microfibrilada obtenible mediante los procesos descritos en el documento WO-A-2010/131016.

30 Los métodos de revestimiento de papel y otros materiales laminares, y aparatos para realizar los métodos, están ampliamente publicados y son bien conocidos. Dichos métodos y aparatos conocidos se pueden usar convenientemente para preparar papel revestido. Por ejemplo, hay una revisión de tales métodos publicada en *Pulp and Paper International*, mayo de 1994, página 18 *et seq.* Las hojas pueden estar recubiertas en la máquina formadora de hojas, es decir, "en la máquina" o "fuera de la máquina" en una revestidora o máquina revestidora. El

35 uso de composiciones de alto contenido de sólidos es deseable en el método de recubrimiento porque deja menos agua para evaporarse posteriormente. Sin embargo, como es bien sabido en la técnica, el nivel de sólidos no debería ser tan alto como para que se presenten problemas de alta viscosidad y nivelación. Los métodos de recubrimiento se pueden realizar usando un aparato que comprende (i) una aplicación para aplicar la composición de revestimiento al material a recubrir y (ii) un dispositivo de medición para asegurar que se aplica un nivel correcto

40 de composición de revestimiento. Cuando se aplica un exceso de composición de revestimiento al aplicador, el dispositivo dosificador se encuentra aguas abajo del mismo. Como alternativa, la cantidad correcta de composición de revestimiento puede aplicarse al aplicador mediante el dispositivo de medición, por ejemplo, como una prensa de película. En los puntos de aplicación y medición del revestimiento, el soporte de la banda de papel varía desde un rodillo de refuerzo, por ejemplo, a través de uno o dos aplicadores, hasta ninguno (es decir, solo tensión). El tiempo

45 que el revestimiento está en contacto con el papel antes de eliminar el exceso es el tiempo de permanencia, que puede ser corto, largo o variable.

El revestimiento generalmente se añade mediante un cabezal de revestimiento en una estación de revestimiento. De acuerdo con la calidad deseada, las calidades de papel son sin revestimiento, con revestimiento simple, con

50 revestimiento doble e incluso con revestimiento triple. Cuando se proporciona más de una capa, el revestimiento inicial (prerrevestimiento) puede tener una formulación más barata y un pigmento opcionalmente más grueso en la composición de revestimiento. Un revestidor que está aplicando revestimiento en cada lado del papel tendrá dos o cuatro cabezales de revestimiento, dependiendo del número de capas de revestimiento aplicadas en cada lado. La mayoría de los cabezales de revestimiento cubren solo un lado a la vez, pero algunos revestidores de rodillos (por

55 ejemplo, prensas de película, rollos de puerta y prensas de encolado) cubren ambos lados en una sola pasada.

Los ejemplos de revestidores conocidos que pueden emplearse incluyen, sin limitación, revestidores de cuchillas de aire, revestidores de cuchillas, revestidores de varillas, revestidores de barras, revestidores de múltiples cabezales, revestidores de rodillo, revestidores de rodillo o cuchillas, revestidores de fundición, revestidores de laboratorio,

revestidores de fotograbado, revestidores dobles, sistemas de aplicación de líquidos, revestidores de rodillo invertido, revestidores de cortina, revestidores de pulverización y revestidores de extrusión.

Se puede añadir agua a los sólidos que comprenden la composición de revestimiento para dar una concentración de sólidos que es preferiblemente de tal forma que, cuando la composición se reviste con una lámina hasta un peso de revestimiento objetivo deseado, la composición tiene una reología que es adecuada para permitir que la composición se recubra con una presión (es decir, una presión de cuchilla) de entre 1 y 1,5 bar.

El calandrado es un proceso bien conocido en el que se mejora la lisura y el brillo del papel y se reduce el volumen haciendo pasar una hoja de papel revestida entre los puntos de presión o rodillos de la calandra una o más veces. Habitualmente, se emplean rodillos revestidos de elastómero para proporcionar el prensado de composiciones de alto contenido de sólidos. Se puede aplicar una temperatura elevada. Se pueden aplicar uno o más (por ejemplo, hasta aproximadamente 12, o a veces más) pases a través de los puntos de presión. El supercalandrado es una operación de acabado de papel que consiste en un grado adicional de calandrado. Al igual que el calandrado, el supercalandrado es un proceso bien conocido. El supercalandrado le da al producto de papel un acabado de alto brillo, determinando la extensión del supercalandrado la extensión del brillo. Una máquina de supercalandra típica comprende una pila alternante vertical de acero pulido duro y rollos de algodón blando (u otro material elástico), por ejemplo, rollos recubiertos de elastómero. El rollo duro se presiona fuertemente contra el rollo suave, comprimiendo el material. A medida que la banda de papel pasa por este punto de presión, la fuerza generada cuando el rollo suave lucha por volver a sus dimensiones originales "pule" el papel, generando el brillo adicional y el acabado similar al esmalte típico del papel supercalandrado.

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

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

1. Un proceso para modificar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada, comprendiendo dicho proceso someter la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y, opcionalmente material particulado inorgánico, a alta cizalladura, en el que la alta cizalladura se genera, al menos en parte, por un elemento de cizallamiento móvil, para modificar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada.
2. Un proceso de acuerdo con el párrafo numerado 1, para mejorar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada, comprendiendo dicho proceso someter la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y opcionalmente material particulado inorgánico a alta cizalladura para mejorar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada.
3. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado anterior, en el que el elemento de cizallamiento móvil está alojado dentro de un aparato de mezcla de rotor/estator de alta cizalladura, y el proceso comprende someter la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada a alta cizalladura en dicho aparato de mezcla de rotor/estator para modificar, por ejemplo, mejorar, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada.
4. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado anterior, en el que la celulosa microfibrilada de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada tiene, antes de la alta cizalladura, una pendiente de fibra de aproximadamente 20 a aproximadamente 50.
5. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado anterior, en el que la celulosa microfibrilada de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada tiene, antes de la alta cizalladura, una  $d_{50}$  de la fibra de al menos aproximadamente 50  $\mu\text{m}$ .
6. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado anterior, que comprende además obtener la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada, opcionalmente en la que la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada se obtiene mediante un procesamiento que comprende microfibrilar un sustrato fibroso que comprende celulosa en un entorno acuoso en presencia de un medio de trituración, y opcionalmente en presencia de dicha suspensión de material particulado inorgánico que comprende material fibroso y material inorgánico opcional.
7. Un proceso de acuerdo con el párrafo numerado 6, donde dicho proceso de microfibrilación comprende triturar el sustrato fibroso que comprende celulosa en presencia del medio de trituración y el material particulado inorgánico opcional.
8. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado anterior, en el que el material particulado

inorgánico, cuando está presente, es un carbonato o sulfato de metal alcalinotérreo, tal como carbonato de calcio, por ejemplo, carbonato de calcio natural y/o carbonato de calcio precipitado, carbonato de magnesio, dolomita, yeso, una arcilla kandita hidratada tal como caolín, halloysita o arcilla esférica, una arcilla kandita (calcinada) anhidra, tal como metacaolín o caolín totalmente calcinado, talco, mica, perlita o tierra de diatomeas, o hidróxido de magnesio, o trihidrato de aluminio, o combinaciones de los mismos.

9. Un proceso de acuerdo con el párrafo numerado 8, en el que el particulado inorgánico es carbonato cálcico, opcionalmente en el que al menos aproximadamente el 50% en peso del carbonato de calcio tiene un e.s.d. de menos de aproximadamente 2  $\mu\text{m}$ .

10. Un proceso de acuerdo con el párrafo numerado 8, en el que el material particulado inorgánico es caolín, opcionalmente donde al menos aproximadamente el 50% en peso del caolín tiene un e.s.d. de menos de aproximadamente 2  $\mu\text{m}$ .

11. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado anterior, en el que la fibra  $d_{50}$  de la celulosa microfibrilada se reduce, por ejemplo, después de alta cizalladura, al menos en aproximadamente un 1%, o al menos aproximadamente un 5%, o al menos aproximadamente un 10%, o en al menos aproximadamente un 50%.

12. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado, en el que, después de la alta cizalladura, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada se aumentan en al menos aproximadamente el 1%, por ejemplo, al menos aproximadamente el 5% o al menos aproximadamente el 10%.

13. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado anterior, en el que, después de la alta cizalladura, la celulosa microfibrilada tiene una viscosidad Brookfield (husillo N.º 4, a 10 rpm, y un contenido de fibra del 1,5% en peso) de al menos aproximadamente 2000 MPa.s.

14. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado anterior, en el que el proceso es un proceso discontinuo o un proceso continuo.

15. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado anterior, en el que la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada se agita en un tanque de mezcla antes de la alta cizalladura y/o durante el proceso.

16. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado anterior, en el que la entrada de energía total durante la alta cizalladura, E, se calcula como,  $E = P/W$ , donde E es la entrada de energía total por tonelada (kWh/t) de material celulósico en la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada, P es la entrada de energía total (kWh) y W es el peso total de material celulósico (en toneladas).

17. Un proceso de acuerdo con cualquier párrafo numerado anterior, que comprende además preparar una composición de fabricación de papel que comprende celulosa microfibrilada, y opcionalmente material particulado inorgánico, obtenible mediante el proceso de cualquier reivindicación.

18. Un proceso de acuerdo con el párrafo 17, que comprende además preparar un producto de papel a partir de la composición de fabricación de papel.

19. Una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada, y opcionalmente material particulado inorgánico, obtenible mediante el proceso de cualquiera de los párrafos numerados 1-16.

20. Una composición de fabricación de papel que puede obtenerse mediante el proceso del párrafo numerado 17.

21. Un producto de papel que puede obtenerse mediante el proceso del párrafo numerado 18, en el que el producto de papel tiene una primera resistencia al estallido que es mayor que una segunda resistencia al estallido de un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada como se define en uno cualquiera los párrafos 1, 4 y 5 (antes de la alta cizalladura).

22. Un producto de papel de acuerdo con el párrafo numerado 21, en el que el producto de papel comprende de aproximadamente el 0,1 a aproximadamente el 5% en peso de celulosa microfibrilada, y opcionalmente hasta aproximadamente el 50% en peso de material inorgánico particulado.

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

1a. Un proceso para tratar celulosa microfibrilada, comprendiendo dicho proceso someter la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y, opcionalmente material particulado inorgánico, a alta cizalladura, en el que la alta cizalladura se genera, al menos en parte, por un elemento de cizallamiento móvil.

2a. Un proceso de acuerdo con el párrafo numerado 1a, para modificar, por ejemplo, mejorar, uno o más atributos potenciadores de las propiedades del papel de celulosa microfibrilada, comprendiendo dicho proceso someter la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y opcionalmente material particulado inorgánico a alta cizalladura para modificar, por ejemplo, mejorar, un atributo potenciador de las propiedades del papel de la celulosa microfibrilada.

3a. Un proceso de acuerdo con los párrafos numerados 1a o 2a, en el que el elemento de cizallamiento móvil está alojado dentro de un aparato de mezcla de rotor/estator de alta cizalladura, y el proceso comprende someter la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada a alta cizalladura en dicho aparato de mezcla de rotor/estator para modificar, por ejemplo, mejorar, uno o más atributos

4a. Un proceso de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos numerados 1a a 3a, en el que (i) la celulosa microfibrilada de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada tiene, antes de la alta cizalladura, una pendiente de fibra de aproximadamente 20 a aproximadamente 50, y/o (ii) la celulosa microfibrilada de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada tiene, antes de la alta cizalladura, una fibra  $d_{50}$  de al menos aproximadamente 50  $\mu\text{m}$ .

5a. Un proceso de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos numerados 1a a 4a, que comprende además obtener la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada, opcionalmente en la que la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada se obtiene mediante un procesamiento que comprende microfibrilar un sustrato fibroso que comprende celulosa en un entorno acuoso en presencia de un medio de trituración, y opcionalmente en presencia de dicha suspensión de material particulado inorgánico que comprende material fibroso y material inorgánico opcional.

6a. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 5a, donde dicho proceso de microfibrilación comprende triturar el sustrato fibroso que comprende celulosa en presencia del medio de trituración y el material particulado inorgánico opcional.

7a. Un proceso de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos numerados 1a a 6a, en el que el material particulado inorgánico, cuando está presente, es un carbonato o sulfato de metal alcalinotérreo, tal como carbonato de calcio, por ejemplo, carbonato de calcio natural y/o carbonato de calcio precipitado, carbonato de magnesio, dolomita, yeso, una arcilla kandita hidratada tal como caolín, halloysita o arcilla esférica, una arcilla kandita (calcínada) anhidra, tal como metacaolín o caolín totalmente calcinado, talco, mica, perlita o tierra de diatomeas, o hidróxido de magnesio, o trihidrato de aluminio, o combinaciones de los mismos.

8a. Un proceso de acuerdo con el párrafo numerado 7a, en el que (i) el material particulado inorgánico es carbonato cálcico, opcionalmente en el que al menos aproximadamente el 50% en peso del carbonato de calcio tiene un e.s.d. de menos de aproximadamente 2  $\mu\text{m}$ , o (ii) el material particulado inorgánico es caolín, opcionalmente donde al menos aproximadamente el 50% en peso del caolín tiene un e.s.d. de menos de aproximadamente 2  $\mu\text{m}$ .

9a. Un proceso de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos numerados 1 a 7a, en el que  $d_{50}$  de la fibra de la celulosa microfibrilada se reduce, por ejemplo, después de alta cizalladura, al menos en aproximadamente un 1%, o al menos aproximadamente un 5%, o al menos aproximadamente un 10%, o en al menos aproximadamente un 50%.

10a. Un proceso de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos numerados 1a a 9a, en el que, después de la alta cizalladura:

(i) los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada se aumentan en al menos aproximadamente el 1%, por ejemplo, al menos aproximadamente el 5% o al menos aproximadamente el 10%; y/o

(ii) los atributos potenciadores del índice de estallido del papel de la celulosa microfibrilada se aumentan en al menos aproximadamente el 1 %, o al menos aproximadamente el 5 %, o al menos aproximadamente el 10%; y/o

(iii) los atributos potenciadores de la resistencia a la tracción de la celulosa microfibrilada se aumentan en al menos aproximadamente el 1 %, o al menos aproximadamente el 5 %, o al menos aproximadamente el 10%, y/o

(iv) los atributos potenciadores de la resistencia en la dirección z (adhesión interna (Scott)) de la celulosa microfibrilada se aumentan en al menos aproximadamente el 1 %, o al menos aproximadamente el 5 %, o al menos aproximadamente el 10%, o al menos aproximadamente el 20 %, o al menos aproximadamente el 30 %, o al menos aproximadamente el 40 %, o al menos aproximadamente el 50 %; y/o

(v) los atributos potenciadores de la resistencia al desgarro de la celulosa microfibrilada se aumentan en al menos aproximadamente el 1 %, o al menos aproximadamente el 5 %, o al menos aproximadamente el 10%, y/o

(vi) los atributos potenciadores de la porosidad (es decir, de reducción de la porosidad) de la celulosa microfibrilada se aumentan en al menos aproximadamente el 1 %, o al menos aproximadamente el 5 %, o al menos aproximadamente el 10%, o al menos aproximadamente el 20 %, o al menos aproximadamente el 30 %, o al menos aproximadamente el 40 %, o al menos aproximadamente el 50 %, o al menos aproximadamente el 60 %, o al menos aproximadamente el 70 %, o al menos aproximadamente el 80 %; y/o

(vii) los atributos potenciadores de la lisura de la celulosa microfibrilada se aumentan en al menos aproximadamente el 1 %, o al menos aproximadamente el 5 %, o al menos aproximadamente el 10%, o al menos aproximadamente el 20 %, o al menos aproximadamente el 30 %; y/o

5 (viii) los atributos potenciadores de la opacidad de la celulosa microfibrilada se aumentan en al menos aproximadamente el 0,10 %, o al menos aproximadamente el 0,15 %, o al menos aproximadamente el 0,20 %, o al menos aproximadamente el 0,25 %, o al menos aproximadamente el 0,30 %.

10 11a. Un método de acuerdo con los párrafos numerados 5a o 6a, en el que después de completar la trituración y antes del tratamiento de alta cizalladura, el producto que contiene celulosa microfibrilada se elimina por lavado del aparato de microfibrilación con agua o cualquier otro líquido adecuado.

12a. Un proceso de acuerdo con uno de los párrafos numerados 1a a 11a, en el que la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada se agita en un tanque de mezcla antes de la alta cizalladura y/o durante el proceso.

15 13a. Un proceso de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos numerados 1a a 12a, en el que la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y material particulado inorgánico opcional sometido a alta cizalladura tiene un contenido de sólidos no superior a aproximadamente el 25% en peso, y/o un contenido de sólidos de fibra de no más de aproximadamente el 8% en peso.

20 14a. Un proceso de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos numerados 1a a 13a, en el que la una o más propiedades de papel se seleccionan de: (i) resistencia al estallido del papel; (ii) índice de estallido; (iii) resistencia a la tracción, (iv) resistencia en la dirección z (adhesión interna (Scott)), (v) resistencia al desgarro), (vi) porosidad, (vii) lisura y (viii) opacidad.

25 15a. Un proceso de acuerdo con uno cualquiera de los párrafos numerados 1a a 14a, que comprende además preparar una composición de fabricación de papel que comprende celulosa microfibrilada, y opcionalmente material particulado inorgánico, obtenible mediante el proceso de cualquier reivindicación anterior, que comprende opcionalmente además preparar un producto de papel a partir de la composición de fabricación de papel.

16a. Una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada, y opcionalmente material particulado inorgánico, obtenible mediante el proceso de cualquiera de los párrafos numerados 1a a 14a.

30 17a. Una composición de fabricación de papel que puede obtenerse mediante el proceso de la reivindicación 15a.

18a. Un producto de papel que puede obtenerse mediante el proceso de la reivindicación 15a, en el que el producto de papel tiene:

35 (i) una primera resistencia al estallido que es mayor que una segunda resistencia al estallido de un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada como se define en uno cualquiera las reivindicaciones 1 y 4 (antes de la alta cizalladura); y/o

(ii) un primer índice de estallido que es mayor que un segundo índice de estallido de un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada como se define en uno cualquiera las reivindicaciones 1 y 4 (antes de la alta cizalladura); y/o

40 (iii) una primera resistencia a la tracción que es mayor que una segunda resistencia a la tracción de un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada como se define en uno cualquiera las reivindicaciones 1 y 4 (antes de la alta cizalladura), y/o

45 (iv) una primera resistencia en la dirección z (adhesión interna (Scott)) que es mayor que una segunda resistencia en la dirección z (adhesión interna (Scott)) de un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada como se define en uno cualquiera las reivindicaciones 1 y 4 (antes de la alta cizalladura); y/o

(v) una primera resistencia al desgarro que es mayor que una segunda resistencia al desgarro de un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada como se define en uno cualquiera las reivindicaciones 1 y 4 (antes de la alta cizalladura); y/o

50 (vi) una primera porosidad que es inferior que una segunda porosidad de un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada como se define en uno cualquiera las reivindicaciones 1 y 4 (antes de la alta cizalladura); y/o

55 (vii) una primera lisura porosidad que es mayor que una segunda lisura de un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada como se define en uno cualquiera las reivindicaciones 1 y 4 (antes de la alta cizalladura); y/o

(viii) una primera opacidad que es mayor que una segunda opacidad de un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 4 (antes de la alta cizalladura), opcionalmente en el que el producto de papel comprende aproximadamente del 0,1 a aproximadamente el 5% en peso de celulosa microfibrilada y

opcionalmente hasta aproximadamente el 50% en peso de material particulado inorgánico.

## Ejemplos

### 5 **Materiales**

**Pulpa de madera: Pulpa kraft de madera blanda blanqueada del norte (Botnia RM90 de MetsaBotnia, en remojo durante 4 horas)**

#### 10 **Particulado inorgánico:**

(1) Carbonato de calcio triturado que tiene una distribución de tamaño de partícula tal que aproximadamente el 60% en peso de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2  $\mu\text{m}$

(2) partículas de caolín que tienen una distribución de tamaño de partícula tal que aproximadamente el 50% en peso de las partículas tienen un e.s.d. de menos de 2  $\mu\text{m}$

15

### **Aparatos y procedimientos experimentales**

#### **- producción de molinos de torre**

- 20 El molino de torre utilizado era un molino vertical de 15 kW compuesto por una columna vertical con un diámetro interno de 250 mm y un árbol de impulsión vertical que tenía una sección transversal circular y un diámetro de 220 cm. La alimentación que consistía en el 6,4% del particulado inorgánico (1) o (2) y el 1,6% de contenido de fibra (corresponde al peso seco total de fibra en la pulpa de madera) se preparó en un tanque de mezcla antes del proceso de trituración. El proceso de trituración se realizó a una velocidad de eje de 500 rpm usando medios de
- 25 trituración de zirconia de 3 mm con la pulpa y la mezcla de relleno suministrándose desde el fondo de la trituradora. Las muestras se trituraron a una entrada de energía en el intervalo de 0 - 5000 kWh/t de fibra mediante el ajuste de la unión de la mezcla de pulpa.

#### **- Producción de triturador de molino de medios agitados (SMD)**

30

El triturador SMD utilizado era un molino de cribado inferior de 185 kW. Los impulsores tienen una sección transversal cilíndrica.

- Para cada experimento, la trituradora se cargó con medios de trituración, pulpa, particulado inorgánico (1) y agua. La
- 35 trituradora se detuvo cuando alcanzó un punto de ajuste de energía predeterminado. Para recolectar el producto, se añadió agua a la trituradora para diluir el producto antes de ser descargado en tanques de almacenamiento.

- El producto diluido se almacenó en tanques de almacenamiento para permitir el espesamiento por gravedad durante aproximadamente 1-2 días. El sobrenadante transparente se eliminó entonces de manera que el producto final tenía
- 40 un contenido total de sólidos de -8,0%.

#### **- Producción de torta con alto contenido de sólidos**

- Para la preparación de muestra de torta con alto contenido de sólidos, el producto diluido antes de la etapa de
- 45 espesamiento por gravedad se deshidrató usando un decantador de centrífuga a escala de laboratorio (Sharples P600). Antes de la etapa de deshidratación, la centrífuga se configuró ajustando la profundidad del estanque a un ajuste medio y limitando la velocidad diferencial (diferencia entre la velocidad de la cubeta y el desplazamiento). Esta velocidad diferencial se ajustó a 10 rpm mientras se mantenía una velocidad máxima de la cubeta de 2500 rpm.

#### 50 **- Tratamiento en línea de alta cizalladura**

- Para cada experimento, se midieron aproximadamente 100 l de sólidos al 8% (se añadió agua si los sólidos eran >8%) del producto del triturador en un tanque de mezcla y se mezclaron homogéneamente durante al menos 1 minuto. Después, el producto mezclado se pasó a través de un mezclador Silverson en línea, donde tuvo lugar la
- 55 acción de alta cizalladura, y se reculó de vuelta al tanque de mezcla. El producto se reculó a flujo constante y se recogieron 500 ml de muestra de la válvula de drenaje en un intervalo de tiempo de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 90 minutos. La entrada de energía, E, por el mezclador Silverson se calculó como,

$$E = \frac{P}{MFC}$$

donde E es la entrada de energía total por tonelada de fibra (kWh/t), P es la entrada de energía total (kWh) y MFC es el peso total de fibra en el producto (tonelada).

5

#### - Prueba de viscosidad

Se diluyeron muestras de producto del triturador con agua suficiente para dar un contenido de fibra del 1,5% en peso. Las muestras diluidas se mezclaron bien y se midió su viscosidad usando un viscosímetro Brookfield R.V. (husillo N.º 4) a 10 rpm. Para cada muestra, la lectura se tomó después de 15 segundos para permitir que se estabilizara.

10

#### - Medición de la distribución del tamaño de partícula

15 Antes del ensayo, se mezcló una solución dispersante en la muestra (5 ml de poliacrilato de sodio al 1,5% por 3 g de producto seco) y la mezcla se completó hasta 80 ml usando agua desionizada. La distribución del tamaño de partícula de todas las muestras se midió después usando un MasterSizer 'S' (Malvern, Reino Unido).

#### - Prueba rápida de los folios

20

Los productos preparados de acuerdo con los procedimientos anteriores se evaluaron como cargas en los folios. Generalmente, un lote de pulpa química blanqueada que comprendía 70 partes de eucalipto y 30 partes de pulpa de madera blanda blanqueada del norte se batió en una batidora valley para dar una CSF de 520 cm<sup>3</sup>. Después de la desintegración y la dilución hasta una solución madre espesa al 2%, la fibra se diluyó hasta el 0,3% en peso de consistencia para la fabricación de hojas.

25

Se añadieron juntas una suspensión de carga (que comprendía la celulosa microfibrilada posterior a la alta cizalladura y partículas inorgánicas) junto con el auxiliar de retención (Ciba, Percol 292, 0,02% en peso sobre el producto). Los folios se fabricaron con un peso base de 80 g<sup>2</sup> usando un molde de hoja británico según métodos estándar (por ejemplo, SCAN C 26:76 (M 5:76). Las hojas se prepararon a aproximadamente 15 y 25 partes de carga en partículas inorgánicas y el valor de la resistencia al estallido al 20% de la carga en partículas inorgánicas se interpoló a partir de estos datos. La ráfaga al 20% cargado se expresó como un porcentaje del valor no cargado.

30

La resistencia al estallido del papel se determinó usando un comprobador de estallido Messmer Buchnel de acuerdo con SCAN P24.

35

#### Experimento 1 - Muestra SMD

El producto de la trituradora SMD para el Experimento 1 consistió en un total de sólidos del 10% y un contenido de sólidos de fibra del 2%.

40

El producto del triturador SMD se trató después con alta cizalladura a una entrada de energía en un intervalo de 0-1000 kWh/t de fibra. Los resultados se resumen en la Tabla 1

45

**Tabla 1.**

| Muestra | Entrada de energía (kWh/t) | Resistencia al estallido (% sin cargar en carga de relleno al 20%) | Mejora (% de aumentos con respecto a la muestra SMD/0) |
|---------|----------------------------|--------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|
| SMD/0   | 0                          | 84                                                                 | -                                                      |
| SMD/5   | 100                        | 86                                                                 | 2,70                                                   |
| SMD/10  | 200                        | 88                                                                 | 4,53                                                   |
| SMD/15  | 300                        | 91                                                                 | 7,86                                                   |
| SMD/20  | 400                        | 90                                                                 | 6,68                                                   |
| SMD/30  | 600                        | 89                                                                 | 5,90                                                   |
| SMD/40  | 800                        | 92                                                                 | 10,06                                                  |
| SMD/60  | 1000                       | 93                                                                 | 11,00                                                  |

"SMD/20", por ejemplo, significa el producto del triturador SMD que se elimina del tratamiento de alta cizalladura en

línea en un intervalo de tiempo de 20 minutos.

La resistencia al estallido sigue una tendencia creciente cuando aumenta la energía de entrada específica durante el tratamiento de alta cizalladura.

5

Por ejemplo, la muestra de la resistencia al estallido de la muestra tiene una mejora tan alta como del 11% en comparación con la muestra no tratada a 1000 kWh/t de fibra. En otras palabras, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada de alta cizalladura se mejoran hasta en un 11%.

#### 10 **Experimento 2 - Muestra SMD "de alto de sólidos"**

Los sólidos totales del producto del triturador SMD decantado fue del 30% y los sólidos de fibra fueron del 6%.

15 Antes del tratamiento de alta cizalladura, la torta de alto contenido de sólidos se redujo al 8,5% de sólidos mezclándose en agua en un tanque de mezcla.

El producto del triturador se trató con alta cizalladura a una entrada de energía en un intervalo de 0-3000 kWh/t de fibra. Los resultados se resumen en la Tabla 2

20

**Tabla 2.**

| Muestra                        | Entrada de energía (kWh/t) | Viscosidad Brookfield al 1,5% de sólido de fibra a 10 rpm (mPa.s) | d <sub>50</sub> de fibra "S" Malvern (µm) | Resistencia al estallido (% sin cargar en carga de relleno al 20%) | Mejora (% de aumentos con respecto a la muestra original) |
|--------------------------------|----------------------------|-------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| ST/Alto contenido de sólidos/A | 0                          | 4600                                                              | 122,6                                     | 81                                                                 | -                                                         |
| ST/Alto contenido de sólidos/B | 100                        | 5600                                                              | 124,9                                     | 84                                                                 | 3,7                                                       |
| ST/Alto contenido de sólidos/C | 200                        | 5600                                                              | 120,6                                     | 85                                                                 | 4,9                                                       |
| ST/Alto contenido de sólidos/D | 300                        | 5400                                                              | 117,0                                     | 86                                                                 | 6,2                                                       |
| ST/Alto contenido de sólidos/E | 500                        | 4200                                                              | 120,9                                     | 85                                                                 | 4,9                                                       |
| ST/Alto contenido de sólidos/F | 700                        | 5600                                                              | 116,5                                     | 90                                                                 | 11,1                                                      |
| ST/Alto contenido de sólidos/G | 1000                       | 5800                                                              | 114,4                                     | 87                                                                 | 7,4                                                       |
| ST/Alto contenido de sólidos/H | 1250                       | 5200                                                              | 120,3                                     | 90                                                                 | 11,1                                                      |
| ST/Alto contenido de sólidos/I | 1500                       | 5400                                                              | 112,3                                     | 90                                                                 | 11,1                                                      |

De nuevo, la resistencia al estallido de las muestras tratadas con alta cizalladura aumenta con la entrada de energía creciente.

#### 25 **Experimento 3 - Muestra del molino de torre**

El producto de molino de torre tenía un contenido total de sólidos del 8% y el contenido de fibra era del 1,6%.

El producto de molino de torre se trató con alta cizalladura a una entrada de energía en un intervalo de 0 - 2500 kWh/t de fibra. Los resultados se resumen en la Tabla 3

5

Tabla 3.

| Muestra  | Entrada de energía (kWh/t) | Viscosidad Brookfield al 1,5% de sólido de fibra a 10 rpm (mPa.s) | d <sub>50</sub> de fibra "S" Malvern (µm) | Resistencia al estallido (% sin cargar en carga de relleno al 20%) | Mejora (% de aumentos con respecto a la muestra original) |
|----------|----------------------------|-------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| ST/HKU/A | 0                          | 3220                                                              | 160,3                                     | 70                                                                 | -                                                         |
| ST/HKU/B | 250                        | 5000                                                              | 161,0                                     | 71                                                                 | 1,4                                                       |
| ST/HKU/C | 500                        | 3640                                                              | 153,4                                     | 72                                                                 | 2,9                                                       |
| ST/HKU/D | 800                        | 4000                                                              | 146,9                                     | 75                                                                 | 7,1                                                       |
| ST/HKU/E | 1000                       | 3580                                                              | 151,3                                     | 75                                                                 | 7,1                                                       |
| ST/HKU/F | 1300                       | 4200                                                              | 141,9                                     | 75                                                                 | 7,1                                                       |
| ST/HKU/G | 1600                       | 5200                                                              | 143,2                                     | 74                                                                 | 5,7                                                       |
| ST/HKU/H | 2500                       | 5200                                                              | 140,9                                     | 73                                                                 | 4,3                                                       |

La resistencia al estallido del papel de las muestras tratadas con alta cizalladura aumenta a medida que aumenta la energía de entrada específica.

#### 10 **Experimento 4 - Muestra del molino de torre - mayor entrada de energía**

El producto de molino de torre tenía un contenido total de sólidos del 8% y el contenido de fibra era del 1,6%.

El producto de molino de torre se trató con alta cizalladura a una entrada de energía en un intervalo de 0 - 4000 kWh/t de fibra. Los resultados se resumen en la Tabla 4

15

Tabla 4.

| Muestra  | Entrada de energía (kWh/t) | Viscosidad Brookfield al 1,5% de sólido de fibra a 10 rpm (mPa.s) | d <sub>50</sub> de fibra "S" Malvern (µm) | Resistencia al estallido (% sin cargar en carga de relleno al 20%) | Mejora (% de aumentos con respecto a la muestra original) |
|----------|----------------------------|-------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| ST/HKA/A | 0                          | 4200                                                              | 151,0                                     | 68                                                                 | -                                                         |
| ST/HKA/B | 1000                       | 4200                                                              | 129,9                                     | 72                                                                 | 5,9                                                       |
| ST/HKA/C | 1500                       | 4800                                                              | 131,1                                     | 73                                                                 | 7,4                                                       |
| ST/HKA/D | 2000                       | 5800                                                              | 126,4                                     | 74                                                                 | 8,8                                                       |
| ST/HKA/E | 2500                       | 6000                                                              | 124,0                                     | 75                                                                 | 10,3                                                      |
| ST/HKA/F | 3000                       | 5600                                                              | 117,6                                     | 77                                                                 | 13,2                                                      |
| ST/HKA/G | 3500                       | 5800                                                              | 116,5                                     | 78                                                                 | 14,7                                                      |
| ST/HKA/H | 4000                       | 5400                                                              | 118,1                                     | 79                                                                 | 16,2                                                      |

La resistencia al estallido del papel de las muestras tratadas con alta cizalladura aumenta a medida que aumenta la energía de entrada específica.

20

#### **Experimento 5 - Muestra del molino de torre - particulado inorgánico (5)**

El producto de molino de torre tenía un contenido total de sólidos del 8% y el contenido de fibra era del 1,6%.

25

El producto de molino de torre se trató con alta cizalladura a una entrada de energía en un intervalo de 0 - 3250 kWh/t de fibra. Los resultados se resumen en la Tabla 5

Tabla 5.

| Muestra  | Entrada de energía en POP real (kWh/t) | Viscosidad Brookfield al 1,5% de sólido de fibra a 10 rpm (mPa.s) | d <sub>50</sub> de fibra "S" Malvern (μm) | Resistencia al estallido (% sin cargar en carga de relleno al 20%) | Mejora (% de aumentos con respecto a la muestra original) |
|----------|----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| ST/HKQ/A | 0                                      | 3660                                                              | 140,9                                     | 67                                                                 | -                                                         |
| ST/HKQ/B | 100                                    | 3780                                                              | 124,0                                     | 72                                                                 | 7,5                                                       |
| ST/HKQ/C | 300                                    | 4200                                                              | 126,1                                     | 71                                                                 | 6,0                                                       |
| ST/HKQ/D | 500                                    | 4200                                                              | 123,2                                     | 72                                                                 | 7,5                                                       |
| ST/HKQ/E | 750                                    | 3940                                                              | 117,0                                     | 75                                                                 | 11,9                                                      |
| ST/HKQ/F | 1000                                   | 4800                                                              | 115,1                                     | 76                                                                 | 13,4                                                      |
| ST/HKQ/G | 2000                                   | 4600                                                              | 104,1                                     | 76                                                                 | 13,4                                                      |
| ST/HKQ/H | 3250                                   | 5400                                                              | 102,3                                     | 78                                                                 | 16,4                                                      |

La resistencia al estallido del papel de las muestras tratadas con alta cizalladura aumenta a medida que aumenta la energía de entrada específica.

5

#### Ejemplo 6

Se preparó un lote de carga de celulosa microfibrilada co-triturada y carbonato de calcio triturado de acuerdo con los procedimientos descritos anteriormente (usando un SMD). Una porción del material co-triturado se sometió a un tratamiento de alta cizalladura; se midieron aproximadamente 100 l del 8% de sólidos (se añadió agua si los sólidos eran >8%) del producto del triturador en un tanque de mezcla y se mezclaron homogéneamente durante al menos 1 minuto. Después, el producto mezclado se pasó a través de un mezclador Silverson en línea, donde tuvo lugar la acción de alta cizalladura.

15 Las propiedades del material co-triturado tal como se preparó y el material tratado con alta cizalladura se resumen en la Tabla 6.

Tabla 6.

| Muestra                                        | % de sólidos | % de POP | Viscosidad Brookfield al 1,5% de sólidos de fibra, mPa.s |        |        |         |
|------------------------------------------------|--------------|----------|----------------------------------------------------------|--------|--------|---------|
|                                                |              |          | 10 rpm                                                   | 20 rpm | 50 rpm | 100 rpm |
| MFC co-triturado                               | 8,7          | 20,0     | 4200                                                     | 2500   | 1240   | 940     |
| MFCp co-triturado tratado con alta cizalladura | 8,0          | 20,0     | 6200                                                     | 3500   | 1760   | 1140    |

#### 20 Fabricación de papel

Se preparó una mezcla del 70% en peso de pulpa de eucalipto y del 30% de pulpa de kraft de madera blanda Botnia RMA 90 al 3% de sólidos en agua usando un hidrapúlper a escala piloto y se refinó hasta una drenabilidad de SR a 30 ° usando un refinador a escala piloto.

25

Esta mezcla de pulpa se usó para hacer una bobina continua de papel usando una máquina Fourdrinier a escala piloto que funcionaba a 12 m min<sup>-1</sup>. El gramaje objetivo del papel fue 80 ± 5 gm<sup>-2</sup>. El agua de drenaje de la máquina de papel se recirculó para garantizar la retención total de todos los componentes añadidos.

30 Se prepararon mezclas de cada muestra con carbonato cálcico triturado adicional (del tipo descrito anteriormente) usando un mezclador de baja cizalladura para proporcionar un intervalo de cuatro niveles POP (porcentaje de pulpa - porcentaje del peso seco de carga que es pulpa) del 3, 5, 7 y 9% para cada carga. Después, estos se mezclaron con la pulpa preparada previamente en la máquina de papel para fabricar hojas de papel con una carga de relleno del 30% y un rango de valores de MFC del 1 - 3% en la hoja terminada. El papel que comprendía una carga de GCC de control (es decir, el carbonato de calcio como se ha descrito anteriormente) también se preparó con una carga de relleno de GCC del 20% sin celulosa microfibrilada. Se añadió un auxiliar de retención polimérico catiónico (Percol E622, BASF) a dosis de 200 g t<sup>-1</sup> y 250 g t<sup>-1</sup>. El papel se secó usando cilindros calentados.

35

#### Propiedades del papel

40

Se acondicionaron hojas del papel acabado en una atmósfera controlada (23 °C y 50% de HR) durante una noche antes de probar lo siguiente:

Resistencia del papel (estallido, tracción MD, desgarro CD, adhesión Scott)

Porosidad (Bendtsen)

5 Lisura (Bendtsen)

Opacidad

Cada prueba se realizó de acuerdo con la metodología descrita anteriormente.

10 Los resultados se representaron gráficamente para una carga mineral del 30% y se interpolaron a un nivel de MFC del 2% en la hoja. Estos se compararon con el relleno de control al 20% de carga. La Tabla 7 a continuación resume los resultados.

**Tabla 7.**

| <b>Prueba</b>                                                                     | <b>GCC de control</b> | <b>MFC co-triturado</b> | <b>MFC co-triturado tratado con alta cizalladura</b> |
|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|-------------------------|------------------------------------------------------|
| Índice de estallido, kPa m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup>                           | 1,07                  | 1,23                    | 1,36                                                 |
| Índice de tracción en la dirección de la máquina, Nm g <sup>-1</sup>              | 31,1                  | 31,2                    | 33,3                                                 |
| Índice de desgarro en la dirección transversal, mN m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup> | 5,34                  | 5,42                    | 5,88                                                 |
| Resistencia de adhesión interna (Scott), J m <sup>-2</sup>                        | 79                    | 129                     | 192                                                  |
| Porosidad Bendtsen, cm <sup>3</sup> min <sup>-1</sup>                             | 3750                  | 1050                    | 800                                                  |
| Lisura Bendtsen, cm <sup>3</sup> min <sup>-1</sup>                                | 720                   | 555                     | 695                                                  |
| Opacidad, 80 gm <sup>-2</sup> , %                                                 | 86,9                  | 88,9                    | 89,1                                                 |

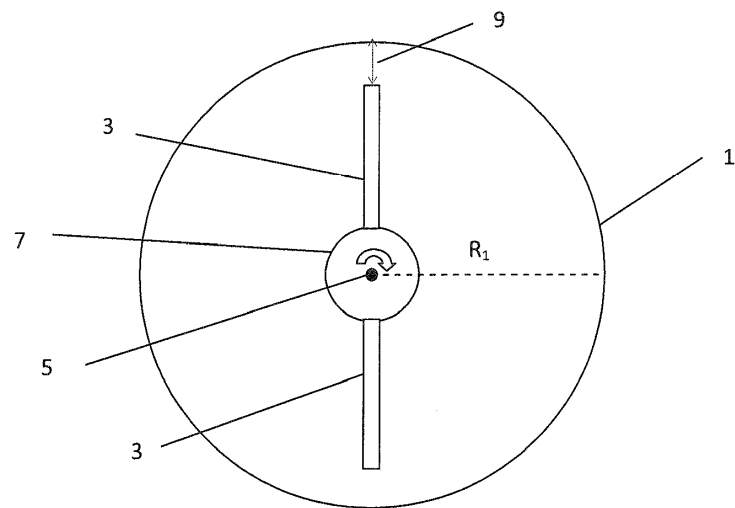
15

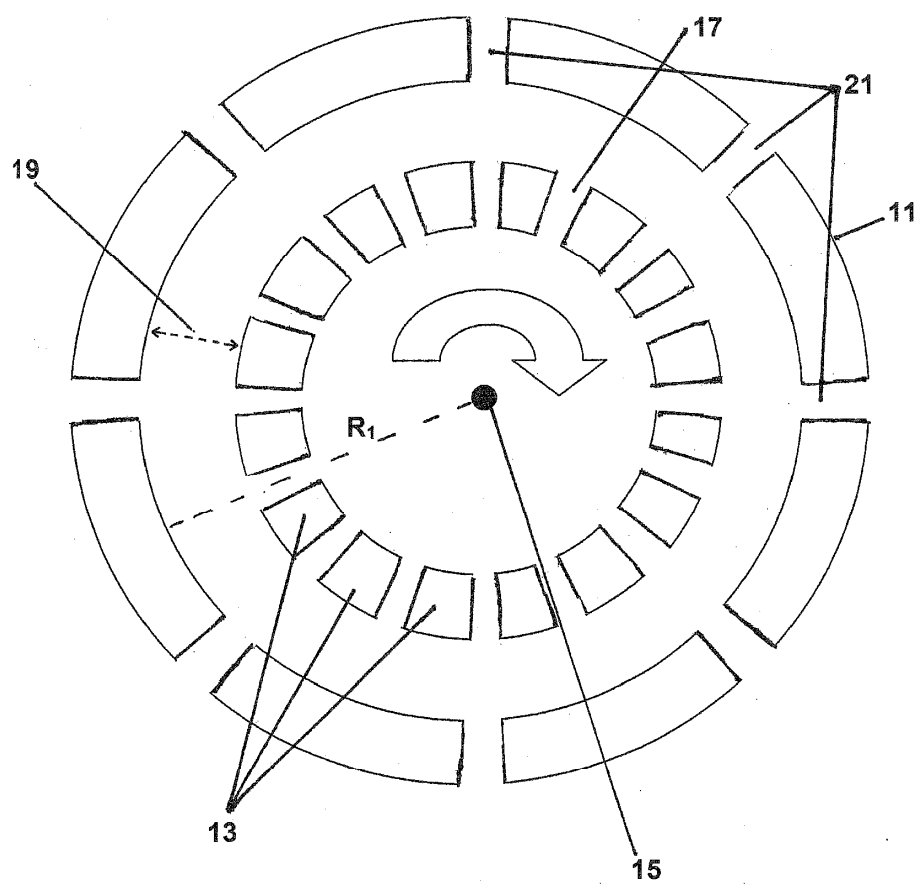
## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para mejorar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada, comprendiendo dicho proceso someter una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada y opcionalmente material particulado inorgánico a alta cizalladura, en el que la alta cizalladura se genera, al menos en parte, por un elemento de cizallamiento móvil, para mejorar los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada, y en el que el término "alta cizalladura" significa una velocidad de cizalladura de al menos  $10.000\text{ s}^{-1}$ .
2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el elemento de cizallamiento móvil está alojado dentro de un aparato de mezcla de rotor/estator de alta cizalladura, y el proceso comprende someter la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada a alta cizalladura en dicho aparato de mezcla de rotor/estator para modificar, por ejemplo, mejorar, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada.
3. Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en el que (i) la celulosa microfibrilada de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada tiene, antes de la alta cizalladura, una pendiente de fibra de 20 a 50, y/o (ii) la celulosa microfibrilada de la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada tiene, antes de la alta cizalladura, una fibra  $d_{50}$  de al menos aproximadamente  $50\text{ }\mu\text{m}$ .
4. Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, que comprende además obtener la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada, opcionalmente en la que la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada se obtiene mediante un procesamiento que comprende microfibrilar un sustrato fibroso que comprende celulosa en un entorno acuoso en presencia de un medio de trituración, y opcionalmente en presencia de dicha suspensión de material particulado inorgánico que comprende material fibroso y material inorgánico opcional.
5. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 4, donde dicho proceso de microfibrilación comprende triturar el sustrato fibroso que comprende celulosa en presencia del medio de trituración y el material particulado inorgánico opcional.
6. Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en el que el material particulado inorgánico, cuando está presente, es un carbonato o sulfato de metal alcalinotérreo, tal como carbonato de calcio, por ejemplo, carbonato de calcio natural y/o carbonato de calcio precipitado, carbonato de magnesio, dolomita, yeso, una arcilla kandita hidratada tal como caolín, halloysita o arcilla esférica, una arcilla kandita (calcinada) anhidra, tal como metacaolín o caolín totalmente calcinado, talco, mica, perlita o tierra de diatomeas, o hidróxido de magnesio, o trihidrato de aluminio, o combinaciones de los mismos.
7. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 6, en el que (i) el material particulado inorgánico es carbonato cálcico, opcionalmente en el que al menos el 50% en peso del carbonato de calcio tiene un e.s.d. de menos de  $2\text{ }\mu\text{m}$ , o (ii) el material particulado inorgánico es caolín, opcionalmente donde al menos el 50% en peso del caolín tiene un e.s.d. de menos de  $2\text{ }\mu\text{m}$ .
8. Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en el que  $d_{50}$  de la fibra de la celulosa microfibrilada se reduce, por ejemplo, después de alta cizalladura, al menos en un 1%, o al menos un 5%, o al menos un 10%, o en al menos 50%.
9. Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en el que, después de la alta cizalladura, los atributos potenciadores de la resistencia al estallido del papel de la celulosa microfibrilada se aumentan en al menos el 1%, por ejemplo, al menos el 5% o al menos el 10%.
10. Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, en el que la suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada se agita en un tanque de mezcla antes de la alta cizalladura y/o durante el proceso.
11. Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, que comprende además preparar una composición de fabricación de papel que comprende celulosa microfibrilada, y opcionalmente material particulado inorgánico, obtenible mediante el proceso de cualquier reivindicación anterior, que comprende opcionalmente además preparar un producto de papel a partir de la composición de fabricación de papel.

12. Una suspensión acuosa que comprende celulosa microfibrilada, y opcionalmente material particulado inorgánico, obtenible mediante el proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-11.
- 5 13. Una composición de fabricación de papel que puede obtenerse mediante el proceso de la reivindicación 11.
14. Un producto de papel que puede obtenerse mediante el proceso de la reivindicación 11, en el que el producto de papel tiene una primera resistencia al estallido que es mayor que una segunda resistencia al estallido de
- 10 un producto de papel comparable que comprende una cantidad equivalente de celulosa microfibrilada como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 3 (antes de la alta cizalladura), opcionalmente en el que el producto de papel comprende del 0,1 al 5% en peso de celulosa microfibrilada y opcionalmente hasta el 50% en peso de material particulado inorgánico.

FIG. 1





**FIG. 2**

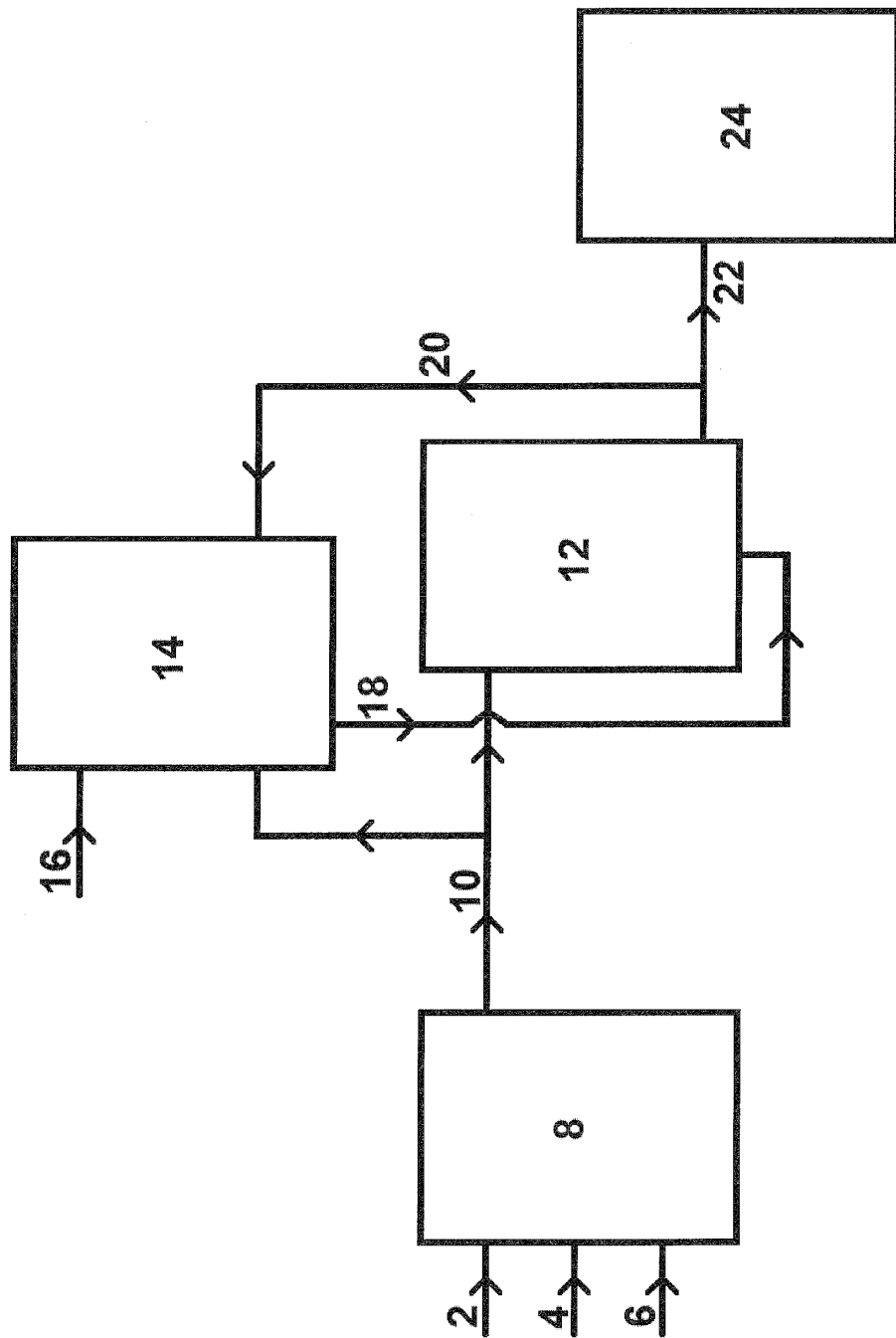


FIG. 3