

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 700 130**

51 Int. Cl.:

D21H 17/67	(2006.01)
C08L 1/28	(2006.01)
D21H 17/29	(2006.01)
D21H 17/37	(2006.01)
D21H 17/45	(2006.01)
D21H 17/66	(2006.01)
D21H 17/68	(2006.01)
D21H 17/26	(2006.01)
D21H 17/56	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.07.2008 PCT/EP2008/059149**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **22.01.2009 WO09010483**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.07.2008 E 08775052 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.09.2018 EP 2173944**

54 Título: **Composición de material de carga**

30 Prioridad:

16.07.2007 EP 07112507
16.07.2007 US 949923 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.02.2019

73 Titular/es:

AKZO NOBEL CHEMICALS INTERNATIONAL B.V.
(100.0%)
Velperweg 76
6824 BM Arnhem, NL

72 Inventor/es:

SIMONSON, PATRIK y
PERSSON, MICHAEL

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 700 130 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composición de material de carga

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a una composición de material de carga, un método de preparación de la composición de material de carga, varios usos de la composición de material de carga, incluido el uso como aditivo en la fabricación de papel, un procedimiento de producción de papel en el que la composición de material de carga se añade a una suspensión celulósica acuosa, un papel obtenido mediante este procedimiento, así como a diversos usos del papel obtenido mediante este procedimiento.

Antecedentes de la invención

10 Los materiales de carga y las composiciones de material de carga son bien conocidos y ampliamente utilizados en las aplicaciones de fabricación de papel con el fin de reducir los costes del papel, al sustituir las fibras celulósicas vírgenes más caras por un material de carga menos costoso. Los materiales de carga también hacen posible mejorar algunas propiedades del papel, tales como, por ejemplo, la suavidad de la superficie, la capacidad de impresión y las propiedades ópticas, como la opacidad y el brillo. Sin embargo, se pueden ver afectadas
15 negativamente otras propiedades del papel. Por ejemplo, el papel con material de carga normalmente presenta unas propiedades de resistencia inferiores en comparación con el papel sin material de carga.

Sería ventajoso poder proporcionar una composición de material de carga que comunique al papel una resistencia y otras propiedades mejoradas. También sería ventajoso poder proporcionar un método de preparación de tal
20 composición de material de carga. También sería ventajoso poder proporcionar un papel con material de carga que presente una resistencia y otras propiedades mejoradas. También sería ventajoso poder proporcionar un procedimiento mejorado de producción de papel con material de carga.

Las patentes US 2003/188738 y WO 2005/061793 describen unas composiciones de material de carga similares a las reivindicadas, usadas para el mismo propósito.

Compendio de la invención

25 La presente invención se dirige a una composición de material de carga que comprende:

- a) un material de carga,
- b) un compuesto inorgánico catiónico,
- c) un compuesto orgánico catiónico, y
- d) un polisacárido aniónico,

30 en donde el material de carga está presente en una cantidad de al menos aproximadamente 1% en peso, en base al peso total de la composición, el polisacárido aniónico está presente en una cantidad de aproximadamente 1 a aproximadamente 100 kg/tonelada, en base al peso del material de carga, y en donde la composición está sustancialmente exenta de fibras.

La presente invención se refiere además a una composición de material de carga que comprende:

- 35
- a) un material de carga,
 - b) un compuesto inorgánico catiónico que es un cloruro de polialuminio,
 - c) un compuesto orgánico catiónico que es un polímero orgánico catiónico, y
 - d) un polisacárido aniónico con un grado de sustitución de grupos aniónicos netos de hasta 0,65.

40 en donde el material de carga está presente en una cantidad de al menos aproximadamente 1% en peso, en base al peso total de la composición, el polisacárido aniónico está presente en una cantidad de 1 a 100 kg/tonelada, en base al peso del material de carga, los compuestos catiónicos inorgánicos y orgánicos están presentes cada uno en una cantidad de hasta 30 kg/tonelada, en base al peso del material de carga, y en donde la composición comprende de 0 a 5% en peso de fibras.

45 La presente invención se dirige además a un método de preparación mediante mezcla de una composición de material de carga como se describió anteriormente.

La presente invención también se dirige al uso como aditivo en un procedimiento de fabricación de papel de una composición de material de carga como se define en esta memoria.

La invención se dirige además a un procedimiento de producción de papel, que comprende añadir a una suspensión celulósica una composición de material de carga como se define en la presente memoria, y drenar la suspensión obtenida.

5 La invención se dirige además a un papel que se puede obtener mediante el procedimiento que se define en esta memoria, comprendiendo el papel una composición de material de carga como se define en esta memoria, y a varios usos del papel.

Descripción detallada de la invención

De acuerdo con la presente invención, se proporciona una composición de material de carga que se puede usar en numerosas aplicaciones y que es particularmente adecuada para su uso como aditivo para la fabricación de papel y que comunica al papel unas propiedades de resistencia mejoradas. Por ejemplo, para unos contenidos de material de carga constantes, el papel con material de carga que comprende la composición de material de carga de la invención presenta unas propiedades de resistencia mejoradas. Para unas propiedades de resistencia del papel constantes, el papel con material de carga que comprende la composición de material de carga de la invención puede tener unos contenidos de material de carga considerablemente mayores. Las propiedades de resistencia del papel con material de carga de la invención que se mantienen o mejoran sustancialmente incluyen la resistencia a la tracción, la rigidez a la tracción, el índice de tracción, la resistencia a la flexión, la resistencia en la dirección z, la adherencia Scott, la perforación de la cera (en inglés, "wax pick"). Además, se mantienen y/o mejoran sustancialmente el desprendimiento de polvillo y el desprendimiento de partículas de fibra. Otras ventajas asociadas a la composición de material de carga de la invención en las aplicaciones de fabricación de papel incluyen una buena o mejorada capacidad de funcionamiento de la máquina para fabricar papel, una buena compatibilidad con los adyuvantes de drenaje y retención, una buena o mejorada retención del material de carga y los aditivos, lo que significa unos bajos contenidos de los mismos en el agua blanca, una buena compatibilidad con los agentes de encolado, es decir, unos buenos o mejorados efectos de encolado, en particular en las combinaciones de aplicaciones de encolado de pasta papelera (internas) y de superficie (externas), se puede aplicar una programación sencilla a esa baja presión para obtener una buena suavidad del papel y ahorro de energía, en particular en la sección de secado de la máquina para fabricar papel. Por otra parte, la composición de material de carga se puede producir mediante un método simple, eficaz y versátil que utiliza materiales de carga convencionales para la fabricación de papel y otras materias primas de bajo coste. Por consiguiente, la presente invención hace posible aumentar la cuantía de material de carga en el papel, para proporcionar un papel con material de carga con una resistencia y otras propiedades mejoradas, y proporcionar un procedimiento mejorado de fabricación de papel, conduciendo de ese modo a un producto de papel mejorado y a ventajas económicas.

Por otra parte, con respecto a las aplicaciones distintas de la fabricación de papel, la composición de material de carga de la invención se puede usar para mejorar la resistencia (resistencia en verde) de las cerámicas tradicionales y avanzadas, los materiales compuestos en polvo, así como en la pulvimetalurgia. Con la mejora de la resistencia en verde, la manipulación de las pastas antes de la cocción o la sinterización da lugar a un menor daño de las pastas, y las pastas con una mayor resistencia en verde pueden ser más fáciles o mejores de mecanizar a las dimensiones y diseños adecuados.

La composición de acuerdo con la presente invención comprende un material de carga. El término "material de carga", como se usa en la presente memoria, pretende incluir materiales de carga y pigmentos minerales sintéticos y naturales, incluyendo materiales de carga y pigmentos porosos, voluminosos, plásticos y expandibles. Los ejemplos de materiales de cargas adecuados de acuerdo con la invención incluyen wollastonitas, caolinitas, p. ej. caolín, arcilla china, dióxido de titanio, yeso, talcitas, p. ej. talco, hidrotalcita, manasseita, piroaurita, sjögrenita, estichtita, barbertonita, takovita, reevesita, desautelsita, motukoreaita, wermlandita, meixnerita, coalingita, cloromagalumita, carrboydita, honessita, woodwardita, iowaita, hidrohonessita y mountkeitita, sílices, p. ej. sílice precipitada y silicatos de aluminio precipitados, esmectitas, p. ej. montmorillonita/bentonita, hectorita, beidelita, nontronita y saponita, óxidos de aluminio hidrogenados (trihidróxidos de aluminio), sulfato de calcio, sulfato de bario, oxalato de calcio, así como carbonatos de calcio naturales y sintéticos. Los ejemplos de carbonatos de calcio naturales y sintéticos adecuados incluyen tiza, mármol molido, carbonato de calcio molido (GCC) y carbonato de calcio precipitado (PCC), incluyendo cualquiera de las diversas formas cristalinas o morfologías que existen, p. ej. calcita en forma romboédrica, prismática, tabular, cuboidal y escalenoédrica y aragonita en forma acicular. El material de carga es adecuadamente caolín o carbonato de calcio, en forma de carbonato de calcio molido y carbonato de calcio precipitado.

La composición de acuerdo con la presente invención comprende un compuesto inorgánico catiónico que es un cloruro de polialuminio.

55 La composición de acuerdo con la presente invención comprende un compuesto orgánico catiónico que es un polímero orgánico catiónico, p. ej. polímeros de condensación, como poliaminas catiónicas, poliamidoaminas catiónicas, polietileniminas catiónicas y polímeros catiónicos de dicianidamida, polímeros catiónicos de adición de vinilo de monómeros catiónicos etilénicamente insaturados o de una mezcla de monómeros que comprende al menos un monómero catiónico, como los polímeros catiónicos a base de acrilamida, los polímeros catiónicos a base de acrilato, los polímeros catiónicos a base de vinilamina/vinilformamida y los polímeros catiónicos a base de

cloruros de dialil-dialquil-amonio. Los ejemplos de monómeros catiónicos etilénicamente insaturados adecuados incluyen los (met)acrilatos de dialquilaminoalquilo y los (met)acrilamidas de dialquilaminoalquilo, preferiblemente en forma cuaternizada, y el cloruro de dialil-dimetil-amonio (DADMAC). Los polímeros catiónicos de un monómero etilénicamente insaturado se preparan normalmente con de aproximadamente 10 a 100% en moles del monómero y de 0 a 90% en moles de otro monómero, siendo 100 la suma de los porcentajes. La cantidad del monómero catiónico es normalmente de al menos 80% en moles, adecuadamente 100% en moles.

El compuesto orgánico catiónico normalmente tiene un peso molecular promedio en peso de al menos aproximadamente 1.000, adecuadamente al menos aproximadamente 2.000 y preferiblemente al menos aproximadamente 5.000. Normalmente, el peso molecular promedio en peso es de hasta aproximadamente 4.000.000, adecuadamente hasta aproximadamente 2.000.000 y preferiblemente hasta aproximadamente 700.000. La densidad de carga del compuesto orgánico catiónico normalmente es de al menos aproximadamente 0,2 meq/g, adecuadamente al menos aproximadamente 1 meq/g, y la densidad de carga normalmente es de hasta aproximadamente 15 meq/g, adecuadamente hasta aproximadamente 10 meq/g.

La composición de acuerdo con la presente invención comprende un polisacárido aniónico. Adecuadamente, el polisacárido aniónico es dispersable en agua o soluble en agua, preferiblemente soluble en agua o al menos parcialmente soluble en agua. El polisacárido aniónico contiene grupos aniónicos, que pueden ser nativos y/o introducidos mediante el tratamiento químico del polisacárido. Los ejemplos de polisacáridos aniónicos nativos incluyen el almidón de patata nativo, que contiene una cantidad sustancial de grupos monoéster de fosfato enlazados covalentemente. El polisacárido aniónico también puede contener grupos catiónicos, siempre que el polisacárido sea aniónico neto, o tenga una carga aniónica neta, es decir, que el número de grupos aniónicos sea mayor que el número de grupos catiónicos, o el grado de sustitución o de grupos aniónicos sea mayor que el grado de sustitución o de grupos catiónicos. En una realización preferida, el polisacárido aniónico está exento o sustancialmente exento de grupos catiónicos.

Los ejemplos de grupos aniónicos adecuados incluyen el grupo carboxilato, p. ej. el carboxialquilo, el grupo sulfato, el grupo sulfonato, p. ej. los grupos sulfoalquilo, fosfato y fosfonato en los que el grupo alquilo puede ser un grupo metilo, un grupo etil-propilo y las mezclas de los mismos, adecuadamente un grupo metilo; adecuadamente, el polisacárido aniónico contiene un grupo aniónico que comprende un grupo carboxilato, p. ej. un grupo carboxialquilo. El contraión del grupo aniónico normalmente es un metal alcalino o un metal alcalinotérreo, adecuadamente sodio. Los grupos aniónicos también pueden existir en su forma ácida, por lo que los grupos aniónicos correspondientes se forman en un entorno acuoso.

Los ejemplos de grupos catiónicos adecuados incluyen sales de aminas, adecuadamente sales de aminas terciarias y grupos amonio cuaternario, preferiblemente grupos amonio cuaternario. Los sustituyentes unidos al átomo de nitrógeno de las aminas y los grupos amonio cuaternario pueden ser iguales o diferentes y se pueden seleccionar entre los grupos alquilo, cicloalquilo y alcoxilquilo, y uno, dos o más de los sustituyentes, junto con el átomo de nitrógeno, pueden formar un anillo heterocíclico. Los sustituyentes, independientemente unos de otros, normalmente comprenden de 1 a aproximadamente 24 átomos de carbono, preferiblemente de 1 a aproximadamente 8 átomos de carbono. El nitrógeno del grupo catiónico se puede unir al polisacárido por medio de una cadena de átomos que comprende adecuadamente átomos de carbono e hidrógeno, y opcionalmente átomos de O y/o N. Normalmente, la cadena de átomos es un grupo alquilenos con de 2 a 18, y adecuadamente de 2 a 8 átomos de carbono, opcionalmente interrumpida o sustituida por uno o más heteroátomos, p. ej. O o N, tales como un grupo alquilenoxi o un grupo hidroxipropileno. Los polisacáridos aniónicos preferidos que contienen grupos catiónicos incluyen los obtenidos haciendo reaccionar el polisacárido aniónico con un agente de cuaternización seleccionado de cloruro de 2,3-epoxipropil trimetil-amonio, cloruro de 3-cloro-2-hidroxipropil trimetil-amonio y las mezclas de los mismos.

El polisacárido aniónico de esta invención puede contener grupos iniónicos, tales como grupos alquilo o hidroxialquilo, p. ej. hidroximetilo, hidroxietilo, hidroxipropilo, hidroxilbutilo y las mezclas de los mismos, p. ej. hidroxietilmetilo, hidroxipropilmetilo, hidroxibutilmetilo, hidroxietiletilo, hidroxipropilo y similares. En una realización preferida de la invención, el polisacárido aniónico contiene tanto grupos aniónicos como iniónicos.

Los ejemplos de polisacáridos aniónicos adecuados de la invención incluyen glucanos, p. ej. dextranos y celulosas, galactomananos, p. ej. gomas de guar, quitinas, quitosanos, glucanos, galactanos, gomas de xantano, pectinas, mananos, dextrinas, alginatos y carragenanos. Los ejemplos de almidones adecuados incluyen patata, maíz, trigo, tapioca, arroz, maíz céreo, etc. Preferiblemente, el polisacárido aniónico se selecciona de derivados de celulosa, preferiblemente éteres de celulosa aniónicos. Los ejemplos de polisacáridos aniónicos y derivados de celulosa adecuados incluyen carboxialquilcelulosas, p. ej. carboximetilcelulosa, carboxietilcelulosa, carboxipropilcelulosa, sulfoetil-carboximetilcelulosa, carboximetil-hidroxietilcelulosa ("CM-HEC"), carboximetilcelulosa, en los que la celulosa está sustituida por uno o más sustituyentes iniónicos, preferiblemente carboximetilcelulosa ("CMC"). Los ejemplos de derivados de celulosa adecuados incluyen los descritos en la patente de EE.UU. N° 4.940.785.

El polisacárido aniónico normalmente tiene un grado de sustitución de grupos aniónicos netos ("DS_{NA}") de hasta aproximadamente 0,65 o hasta aproximadamente 0,50 y preferiblemente hasta aproximadamente 0,45. Cuando el polisacárido aniónico está exento de grupos catiónicos, tiene un grado de sustitución de grupos aniónicos ("DS_A") que es igual al grado de sustitución de grupos aniónicos netos definidos en la presente memoria, es decir,

$$DS_A = DS_{NA}$$

5 El polisacárido aniónico normalmente tiene un peso molecular promedio en peso de al menos 2.000 daltons o al menos aproximadamente 5.000 daltons, adecuadamente al menos 20.000 daltons o al menos aproximadamente 50.000 daltons, y el peso molecular promedio normalmente es de hasta aproximadamente 30.000.000 daltons o hasta aproximadamente 25.000.000 daltons, convenientemente hasta aproximadamente 1.000.000 daltons o hasta aproximadamente 500.000 daltons.

10 La presente composición de material de carga es preferiblemente una composición acuosa, es decir, preferiblemente contiene agua. También pueden estar presentes en la composición de material de carga otros componentes, tales como, por ejemplo, biocidas, agentes conservantes, subproductos del procedimiento de producción del material de carga, compuestos catiónicos inorgánicos y orgánicos y polisacárido aniónico, p. ej. sales y agentes dispersantes, etc., por supuesto, sales y agentes dispersantes, etc. En una realización preferida, la composición de material de carga está sustancialmente exenta de fibras y fibrillas de celulosa o lignocelulosa. En otra realización preferida, la composición de material de carga está sustancialmente exenta de fibras de al menos aproximadamente 4 mm de longitud. En todavía otra realización preferida, la composición de material de carga comprende fibras o fibrillas de celulosa o lignocelulosa. En todavía otra realización preferida, la composición de material de carga está sustancialmente exenta de almidón catiónico.

15 Los componentes de la composición de material de carga, incluidos el material de carga, los compuestos catiónicos inorgánicos y orgánicos y el polisacárido aniónico, pueden estar presentes en la composición de material de carga en unas cantidades que pueden variar dentro de amplios límites, dependiendo, entre otros, del tipo y número de componentes, el uso pretendido, el ahorro de costes deseado, la resistencia del papel deseada, etc.

20 El material de carga está presente en la composición de material de carga en una cantidad de al menos aproximadamente 1% en peso, en base al peso total de la composición, adecuadamente al menos aproximadamente 2% en peso o al menos aproximadamente 5% en peso, y preferiblemente al menos aproximadamente 10% en peso. El material de carga normalmente está presente en una cantidad de hasta 99% en peso, en base al peso total de la composición, adecuadamente hasta aproximadamente 75% en peso o hasta aproximadamente 50% en peso, y preferiblemente hasta aproximadamente 45% en peso.

25 El compuesto inorgánico catiónico normalmente está presente en la composición de material de carga en una cantidad de al menos aproximadamente 0,01 kg/tonelada, en base al peso del material de carga, adecuadamente al menos aproximadamente 0,1 kg/tonelada, o al menos aproximadamente 0,5 kg/tonelada, y preferiblemente al menos aproximadamente 1,0 kg/tonelada. Por otra parte, el compuesto inorgánico catiónico está presente en la composición de material de carga en una cantidad de hasta aproximadamente 30 kg/tonelada, en base al peso del material de carga, adecuadamente hasta aproximadamente 15 kg/tonelada, o hasta aproximadamente 10 kg/tonelada, y preferiblemente hasta aproximadamente 5 kg/tonelada. Cuando el compuesto inorgánico catiónico es un compuesto de aluminio, las cantidades definidas en esta memoria se calculan como Al_2O_3 , en base al peso del material de carga.

30 El compuesto orgánico catiónico normalmente está presente en la composición de material de carga en una cantidad de al menos aproximadamente 0,01 kg/tonelada, en base al peso del material de carga, adecuadamente al menos aproximadamente 0,1 kg/tonelada, o al menos aproximadamente 0,5 kg/tonelada, y preferiblemente al menos aproximadamente 1,0 kg/tonelada. Por otra parte, el compuesto orgánico catiónico está presente en la composición de material de carga en una cantidad de hasta aproximadamente 30 kg/tonelada, en base al peso del material de carga, adecuadamente hasta aproximadamente 15 kg/tonelada, o hasta aproximadamente 10 kg/tonelada, y preferiblemente hasta aproximadamente 5 kg/tonelada.

35 El polisacárido aniónico está presente en la composición de material de carga en una cantidad de al menos aproximadamente 1 kg/tonelada, en base al peso del material de carga, adecuadamente al menos aproximadamente 2 kg/tonelada, o al menos aproximadamente 3 kg/tonelada, y preferiblemente al menos aproximadamente 5 kg/tonelada. El polisacárido aniónico está presente en la composición de material de carga en una cantidad de hasta aproximadamente 100 kg/tonelada, en base al peso del material de carga, adecuadamente hasta aproximadamente 50 kg/tonelada, o hasta aproximadamente 30 kg/tonelada, y preferiblemente hasta aproximadamente 20 kg/tonelada.

40 La composición de material de carga normalmente tiene una relación en peso entre el(los) agente(s) fijador(es) catiónico(s) y el polisacárido aniónico de aproximadamente 10:1 a aproximadamente 1:1.000, adecuadamente de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 1:100, y preferiblemente de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 1:40. De acuerdo con una realización, el(los) agente(s) fijador(es) catiónico(s) comprende(n) un compuesto inorgánico catiónico y/o un compuesto orgánico catiónico.

45 La composición de material de carga de la invención puede estar exenta de agua. Si el agua está presente, normalmente está presente en la composición de material de carga en una cantidad de aproximadamente 1% en peso, en base al peso total de la composición, adecuadamente al menos aproximadamente 25% en peso o al menos aproximadamente 50% en peso, y preferiblemente al menos aproximadamente 55% en peso. Si el agua está

presente, normalmente está presente en una cantidad de hasta 99% en peso, en base al peso total de la composición, adecuadamente hasta aproximadamente 98% en peso o hasta aproximadamente 95% en peso, y preferiblemente hasta aproximadamente 90% en peso, siendo 100 la suma de los porcentajes.

5 La composición de material de carga tiene un contenido de fibras de aproximadamente 0 a aproximadamente 5% en peso, en base a la composición. Preferiblemente, la composición de material de carga comprende fibras o fibrillas de celulosa o lignocelulosa en una cantidad de menos de aproximadamente 1% en peso, en base al material de carga.

10 La presente invención también se refiere a un método de fabricación de una composición de material de carga que comprende mezclar los componentes como se define en la presente memoria, preferiblemente en las cantidades y proporciones que se definen en la presente memoria. Los componentes se pueden mezclar en cualquier orden y se prefiere que la mezcla se realice después de cada adición. Preferiblemente, los compuestos catiónicos inorgánicos y orgánicos se añaden al material de carga, ya sea por separado o como una premezcla. Cuando se usa el modo de adición por separado, el compuesto inorgánico catiónico se puede añadir al material de carga antes de añadir el compuesto orgánico catiónico, el compuesto orgánico catiónico se puede añadir al material de carga antes de añadir el compuesto inorgánico catiónico, o los compuestos catiónicos inorgánicos y orgánicos se pueden añadir simultáneamente pero por separado. Normalmente, el polisacárido aniónico se añade al material de carga después de añadir los compuestos catiónicos inorgánicos y orgánicos. Si el agua está presente, se prefiere que el agua esté presente desde el comienzo del método de mezcla, p. ej. mediante el uso de una suspensión acuosa que contiene el material de carga. Los componentes restantes también se pueden usar como soluciones, dispersiones o suspensiones acuosas. El método puede ser un método discontinuo, semidiscontinuo o continuo.

20 En una realización preferida, la mezcla se realiza en forma semidiscontinua o en continuo en una línea de material de carga de una máquina para fabricar papel. De este modo, los componentes de la composición de material de carga se introducen en un flujo acuoso, y el flujo obtenido de la composición de material de carga acuosa de acuerdo con la invención se añade a una suspensión acuosa que comprende fibras celulósicas que se alimenta a una caja de entrada que expulsa la suspensión obtenida sobre una cinta sinfín de tela metálica de conformación. El agua se drena de la suspensión para proporcionar una banda de papel húmeda que se deshidrata y se seca adicionalmente en la sección de secado de la máquina para fabricar papel.

25 La composición de material de carga de la invención se puede usar como aditivo y en la producción de materiales cerámicos, pinturas, papel, plásticos, materiales compuestos en polvo, etc. Preferiblemente, la composición de material de carga se usa en la fabricación de papel, y para esto se usa como aditivo de la suspensión acuosa que contiene fibras celulósicas.

30 La presente invención también se refiere a un procedimiento de producción de papel, que comprende proporcionar una suspensión acuosa que contiene fibras celulósicas ("suspensión celulósica"), añadir a la suspensión celulósica la presente composición de material de carga, y deshidratar la suspensión celulósica para formar una banda u hoja de papel. En el procedimiento, por supuesto, también se pueden usar otros aditivos, ya sea introduciéndolos en la suspensión celulósica o aplicándolos a la banda u hoja de papel obtenidas. Los ejemplos de tales aditivos incluyen materiales de carga convencionales, agentes abrillantadores ópticos, agentes de encolado, agentes de reforzamiento en seco, agentes de reforzamiento en húmedo, coagulantes catiónicos, adyuvantes de drenaje y retención, etc.

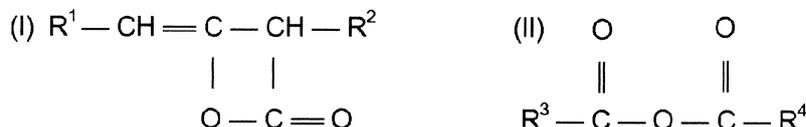
35 Los ejemplos de materiales de carga convencionales adecuados incluyen los materiales de carga mencionados anteriormente, adecuadamente caolín, arcilla china, dióxido de titanio, yeso, talco, carbonatos de calcio naturales y sintéticos, p. ej. caliza, mármol molido, carbonato de calcio molido y carbonato de calcio precipitado, óxidos de aluminio hidrogenados (trihidróxidos de aluminio), sulfato de calcio, sulfato de bario, oxalato de calcio, etc.

Los ejemplos de agentes de reforzamiento en húmedo adecuados incluyen poliaminas y poliaminoamidas catiónicas, incluidos los productos obtenidos haciendo reaccionar poliaminas y poliaminoamidas con epiclorhidrina.

45 Los ejemplos de agentes de encolado adecuados incluyen agentes de encolado no reactivos con la celulosa, p. ej. agentes de encolado a base de colofonia, como jabones a base de colofonia, emulsiones/dispersiones a base de colofonia, agentes de encolado reactivos con la celulosa, p. ej. emulsiones/dispersiones de anhídridos de ácido, como anhídridos alquil y alqueniilsuccínicos (ASA), dímeros de alquencil y alquencilcetenos (AKD) y multímeros, así como polímeros aniónicos, catiónicos y anfóteros de monómeros etilénicamente insaturados, por ejemplo, los copolímeros de estireno y acrilatos. Uno o más agentes de encolado se pueden añadir a la suspensión celulósica, aplicar al papel en una aplicación de encolado de superficie, o ambos. En una realización preferida, a la suspensión celulósica se añade al menos un agente de encolado y al papel se aplica al menos un agente de encolado. El papel encolado y con material de carga según la invención muestra unas excelentes propiedades de resistencia y encolado.

50 Los ejemplos de dímeros de ceteno adecuados incluyen los de la siguiente fórmula general (I), en donde R¹ y R² representan grupos hidrocarbonados saturados o insaturados, normalmente grupos hidrocarbonados saturados, teniendo los grupos hidrocarbonados adecuadamente de 8 a 36 átomos de carbono, siendo normalmente grupos alquilo de cadena lineal o ramificada con 12 a 20 átomos de carbono, tales como los grupos hexadecilo y octadecilo. Los ejemplos de anhídridos de ácido adecuados incluyen los de la siguiente fórmula general (II), en donde R³ y R⁴

pueden ser idénticos o diferentes y representan grupos hidrocarbonados saturados o insaturados que contienen adecuadamente de 8 a 30 átomos de carbono, o R³ y R⁴ junto con el resto -C-O-C- pueden formar un anillo de 5 a 6 miembros, siendo opcionalmente sustituido adicionalmente con grupos hidrocarbonados que contienen hasta 30 átomos de carbono, tales como el anhídrido isooctadecenilsuccínico.



5

Los agentes de encolado adecuados incluyen los compuestos descritos en la patente de EE.UU. N° 4.522.686.

Los ejemplos de coagulantes catiónicos adecuados incluyen coagulantes polímeros orgánicos y coagulantes inorgánicos solubles en agua. Los coagulantes catiónicos se pueden usar solos o conjuntamente, es decir, el coagulante polímero se puede usar en combinación con un coagulante inorgánico. Los ejemplos de coagulantes catiónicos polímeros orgánicos solubles en agua adecuados incluyen polímeros de condensación, como poliaminas catiónicas, poliamidoaminas catiónicas, polietileniminas catiónicas y polímeros catiónicos de dicianidamida, polímeros catiónicos de adición de vinilo de un monómero catiónico etilénicamente insaturado o la mezcla de monómeros que comprende al menos un monómero catiónico, como polímeros catiónicos a base de acrilamida, polímeros catiónicos a base de acrilato, polímeros catiónicos a base de vinilamina/vinilformamida y polímeros catiónicos a base de cloruros de dialil-dialquil-amonio. Los ejemplos de monómeros catiónicos etilénicamente insaturados adecuados incluyen (met)acrilatos de dialquilaminoalquilo y (met)acrilamidas de dialquilaminoalquilo, preferiblemente en forma cuaternizada, y cloruro de dialil-dimetil-amonio (DADMAC). Los polímeros catiónicos de un monómero etilénicamente insaturado se preparan normalmente con de aproximadamente 10 a 100% en moles del monómero catiónico y 0 a 90% en moles de otro monómero, siendo 100 la suma de los porcentajes. La cantidad de monómero catiónico es normalmente al menos 80% en moles, adecuadamente 100% en moles. Los coagulantes catiónicos polímeros orgánicos tienen normalmente un peso molecular promedio en peso de al menos aproximadamente 1.000, adecuadamente al menos aproximadamente 2.000 y preferiblemente al menos aproximadamente 5.000. Normalmente, el peso molecular promedio en peso es de hasta aproximadamente 4.000.000, adecuadamente hasta aproximadamente 2.000.000 y preferiblemente hasta aproximadamente 700.000. Los ejemplos de coagulantes inorgánicos adecuados incluyen compuestos de aluminio, p. ej. alumbre, aluminatos, p. ej. aluminatos de sodio y potasio, y compuestos de polialuminio, p. ej. cloruros de polialuminio, sulfatos de polialuminio, silicato-sulfatos de polialuminio y las mezclas de los mismos.

Los ejemplos de adyuvantes de drenaje y retención adecuadas incluyen polímeros orgánicos, materiales inorgánicos, p. ej. materiales aniónicos en forma de micropartículas, p. ej. materiales silíceos, como partículas a base de sílice coloidal, montmorillonita/bentonita, y las combinaciones de los mismos. El término "adyuvante de drenaje y retención", como se usa en esta memoria, se refiere a uno o más aditivos que cuando se añaden a una suspensión celulósica acuosa proporcionan un mejor drenaje y/o retención que los que se obtienen cuando no se añaden dichos uno o más aditivos.

Los ejemplos de polímeros orgánicos adecuados incluyen almidones aniónicos, anfóteros y catiónicos; polímeros aniónicos, anfóteros y catiónicos a base de acrilamida, incluidos los polímeros esencialmente lineales, ramificados y reticulados aniónicos y catiónicos a base de acrilamida; así como el poli(cloruro de dialildimetilamonio) catiónico; iminas catiónicas de polietileno; poliaminas catiónicas; poliamidoaminas catiónicas y polímeros a base de vinilamida, resinas de melamina-formaldehído y urea-formaldehído. Adecuadamente, el adyuvante de drenaje y retención comprende al menos un polímero catiónico o anfótero, preferiblemente un polímero catiónico. El almidón catiónico y la poliacrilamida catiónica son polímeros particularmente preferidos y se pueden usar individualmente, uno junto al otro o conjuntamente con otros polímeros, p. ej. con otros polímeros catiónicos y/o aniónicos. El peso molecular promedio en peso del polímero es adecuadamente mayor que aproximadamente 1.000.000 y preferiblemente mayor que aproximadamente 2.000.000. El límite superior del peso molecular promedio en peso del polímero no es crítico; puede ser aproximadamente 50.000.000, normalmente aproximadamente 30.000.000 y adecuadamente aproximadamente 25.000.000. Sin embargo, el peso molecular promedio en peso de los polímeros derivados de fuentes naturales puede ser mayor.

Las partículas a base de sílice, es decir, las partículas a base de SiO₂ o ácido silícico, se suministran normalmente en forma de dispersiones coloidales acuosas llamadas soles. Los ejemplos de partículas a base de sílice adecuadas incluyen sílice coloidal y diferentes tipos de ácido polisilícico, ya sea homopolimerizado o copolimerizado. Los soles a base de sílice se pueden modificar y contener otros elementos, p. ej. aluminio, boro, nitrógeno, circonio, galio, titanio y similares, que pueden estar presentes en la fase acuosa y/o en las partículas a base de sílice. Los ejemplos de partículas a base de sílice adecuadas de este tipo incluyen sílice coloidal modificada con aluminio y silicatos de aluminio. También se pueden usar mezclas adecuadas de tales partículas a base de sílice. Los ejemplos de partículas a base de sílice aniónicas adecuadas incluyen las que tienen un tamaño medio de partículas inferior a aproximadamente 100 nm, preferiblemente inferior a aproximadamente 20 nm y más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 nm. Como es convencional en la química de la sílice, el tamaño de

55

partículas se refiere al tamaño medio de las partículas primarias, las cuales pueden estar aglomeradas o sin aglomerar. El área superficial específica de las partículas a base de sílice es adecuadamente superior a aproximadamente 50 m²/g y preferiblemente superior a aproximadamente 100 m²/g. En general, el área superficial específica puede ser de hasta aproximadamente 1.700 m²/g. El área superficial específica se mide por medio de titulación con NaOH de una manera bien conocida, p. ej. como describe G.W. Sears en Analytical Chemistry 28(1956): 12, 1981-1983, y en la patente de EE. UU. N° 5.176.891. El área obtenida de este modo representa, por lo tanto, el área superficial específica media de las partículas. Otros ejemplos de partículas a base de sílice adecuadas incluyen las que están presentes en un sol que tiene un valor S en el intervalo de 5 a 50%. El valor S se puede medir y calcular como describe Iler & Dalton en J. Phys. Chem. 60(1956), 955-957. El valor S indica el grado de aglomeración o de formación de microgel, y un valor S menor es indicativo de un grado de aglomeración mayor.

Los ejemplos de combinaciones adecuadas de adyuvantes de drenaje y retención incluyen polímeros catiónicos y materiales aniónicos en forma de micropartículas, como los materiales silíceos, p. ej. almidón catiónico y partículas aniónicas a base de sílice coloidal; polímero catiónico a base de acrilamida y partículas aniónicas a base de sílice coloidal; polímero catiónico a base de acrilamida, polímero aniónico a base de acrilamida y partículas aniónicas a base de sílice coloidal o bentonita; y polímero catiónico a base de acrilamida y bentonita.

La composición de material de carga de acuerdo con la invención se puede añadir a la suspensión celulósica en unas cantidades que pueden variar dentro de amplios límites, dependiendo, entre otros, del tipo de suspensión celulósica, el tipo de material de carga, el tipo de papel producido, el punto de adición, etc. La composición de material de carga se añade normalmente en una cantidad de al menos aproximadamente 1 kg/tonelada, calculada como material de carga seco a base de fibras celulósicas secas, adecuadamente al menos aproximadamente 10 kg/tonelada o al menos aproximadamente 50 kg/tonelada, preferiblemente al menos 100 kg/tonelada. La composición de material de carga se añade normalmente en una cantidad de hasta 3.000 kg/tonelada o hasta 1.000 kg/tonelada o 750 kg/tonelada, calculadas como material de carga seco a base de fibras celulósicas secas, adecuadamente hasta aproximadamente 500 kg/tonelada o hasta aproximadamente 450 kg/tonelada, preferiblemente hasta 400 kg/tonelada. El papel de acuerdo con la invención normalmente tiene un contenido de material de carga dentro del intervalo de 0,1 a aproximadamente 75% en peso, adecuadamente de aproximadamente 1 a aproximadamente 50% en peso, y preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 40% en peso.

Cuando en el procedimiento se utilizan otros componentes, estos componentes se pueden añadir a la suspensión celulósica o aplicar al papel en unas cantidades que pueden variar dentro de amplios límites, dependiendo, entre otros, del tipo y número de componentes, el tipo de suspensión celulósica, el contenido de material de carga, el tipo de papel producido, el punto de adición, etc. Los agentes de encolado normalmente se introducen en la suspensión celulósica y/o se aplican al papel en cantidades de al menos aproximadamente 0,01% en peso, adecuadamente al menos aproximadamente 0,1% en peso, en base al peso de las fibras secas, y normalmente el límite superior es de aproximadamente 2% en peso, adecuadamente aproximadamente 0,5% en peso. En general, los adyuvantes de drenaje y retención se introducen en la suspensión celulósica en unas cantidades que proporcionan un mejor drenaje y/o retención que los que se obtienen cuando no se usan estos adyuvantes. Los adyuvantes de drenaje y retención, los agentes de reforzamiento en seco y los agentes de reforzamiento en húmedo, independientemente unos de otros, se introducen normalmente en una cantidad de al menos aproximadamente 0,001% en peso, a menudo al menos aproximadamente 0,005% en peso, en base al peso de las fibras secas. y normalmente el límite superior es de aproximadamente 5% en peso y adecuadamente aproximadamente 1,5% en peso.

La composición de material de carga de esta invención se usa para la producción de papel. El término "papel", como se usa en esta memoria, incluye, por supuesto, no solo el papel y la producción del mismo, sino también otras láminas celulósicas o productos similares a una banda, tales como por ejemplo cartón y cartulina, y la producción de los mismos. El procedimiento se puede usar en la producción de papel a partir de diferentes tipos de suspensiones acuosas de fibras celulósicas, y las suspensiones deben contener adecuadamente al menos aproximadamente 25% en peso y preferiblemente al menos aproximadamente 50% en peso de tales fibras, en base a la sustancia seca. La suspensión puede ser a base de fibras procedentes de pulpa química tales como pulpas de sulfato, sulfito y organosolv, pulpa mecánica tal como pulpa termomecánica, pulpa quimio-termomecánica, pulpa de refinador y pulpa de madera molida, tanto de madera dura como de madera blanda, y también puede ser a base de fibras recicladas, opcionalmente a partir de pastas destintadas, y las mezclas de las mismas. El pH de la suspensión, la pasta papelera, puede estar dentro del intervalo de aproximadamente 3 a aproximadamente 10. El pH es adecuadamente mayor que aproximadamente 3,5 y preferiblemente está dentro del intervalo de aproximadamente 4 a aproximadamente 9.

El papel de acuerdo con la invención se puede usar en numerosas aplicaciones, convenientemente el papel se usa como papel de escritura e impresión.

La invención se ilustra adicionalmente en los siguientes ejemplos que, sin embargo, no pretenden limitar la misma. Las partes y % se refieren a partes en peso y % en peso, respectivamente, a menos que se indique lo contrario.

ES 2 700 130 T3

Ejemplo 1

En los ejemplos se usaron los siguientes componentes, a menos que se indique lo contrario:

- GCC: Carbonato de calcio molido (Hydrocarb 60, Omya).
- PAC: Cloruro de polialuminio (Eka ATC 8210).
- PA: Poliamina catiónica (Eka ATC 4150).
- Polydadmac: PoliDADMAC catiónica (RB 2329, SNF).
- CMC 1: Carboximetilcelulosa (Finnfix 300, Noviant), grado de sustitución de grupos aniónicos netos de 0,76.
- CMC 2: Carboximetilcelulosa (Gabrosa 947A, Akzo Nobel), grado de sustitución de grupos aniónicos netos de 0,3-0,4.
- A-Starch: Almidón aniónico (Pearlsize 158, Lyckeby).
- C-Starch: Almidón catiónico (Perlbond 970, Lyckeby).
- C-PAM 1: Poliacrilamida catiónica (Eka DS 22).
- C-PAM 2: Poliacrilamida catiónica (Eka PL 1510).
- Sílice: Sol acuoso de partículas aniónicas a base de sílice (Eka NP 320).

Ejemplo de referencia 2

- 5 Este ejemplo ilustra un método de preparación de composiciones de material de carga de acuerdo con la invención. Se añadió gota a gota bajo agitación una solución acuosa de PAC (10% en peso de PAC, calculado como Al_2O_3) a una suspensión acuosa de GCC (45% en peso de GCC) y la suspensión resultante se agitó durante algunos minutos, después de lo cual se añadió una solución acuosa de CMC (1% en peso de CMC) y la composición de material de carga obtenida se diluyó con agua hasta 20% en peso de sólidos. Las composiciones de material de carga obtenidas se muestran en la Tabla 1 (Ensayos número 7-12 y 16-21) y en la Tabla 2 (Ensayos número 7, 13 y 19).
- 10

Ejemplo de referencia 3

- 15 Este ejemplo ilustra otro método de preparación de composiciones de material de carga de acuerdo con la invención. Se añadió gota a gota bajo agitación una solución acuosa de PA (0,5% en peso de PA) a una suspensión acuosa de GCC (45% en peso de GCC), y la suspensión resultante se agitó durante algunos minutos, después de lo cual se añadió una solución acuosa de CMC (1% en peso de CMC) y la composición de material de carga obtenida se diluyó con agua hasta 20% en peso de sólidos. Las composiciones de material de carga obtenidas se muestran en la Tabla 2 (Ensayos número 2-6).

Ejemplo 4

- 20 Este ejemplo ilustra otro método más de preparación de composiciones de material de carga de acuerdo con la invención. Se añadió gota a gota bajo agitación una solución acuosa de PAC (10% en peso de PAC, calculado como Al_2O_3) a una suspensión acuosa de GCC (45% en peso de GCC) y la suspensión resultante se agitó durante algunos minutos, después de lo cual se añadió gota a gota una solución acuosa de PA (0,5% en peso). La suspensión resultante se agitó durante algunos minutos, después de lo cual se añadió una solución acuosa de CMC (1% en peso de CMC), y la composición de material de carga obtenida se diluyó con agua hasta 20% en peso de sólidos. Las composiciones de material de carga obtenidas se muestran en la Tabla 2 (Ensayos número 8-12, 14-18 y 20-24).
- 25

Ejemplo de referencia 5

- 30 Este ejemplo ilustra los métodos de preparación de las composiciones de material de carga usadas para comparación. Algunas composiciones de material de carga se prepararon usando el método de acuerdo con el ejemplo 2, excepto que no se usó PAC. Las composiciones de material de carga obtenidas se muestran en la Tabla 1 (Ensayos número 4-6 y 13-15) y la Tabla 2 (Ensayo número 1). Se preparó una composición de material de carga usando el método de acuerdo con el ejemplo 2 sin adición de PAC y CMC. Estas composiciones de material de carga se muestran en la Tabla 1 (Ensayos número 1-3).

Ejemplo de referencia 6

- 35 Este ejemplo ilustra el uso en la fabricación de papel de las composiciones de material de carga de acuerdo con los ejemplos 2 y 5 y la evaluación de las propiedades de resistencia de los productos de papel obtenidos. Se fabricaron

5 unas hojas de papel utilizando una Dynamic Sheet Former (Formette Dynamique), suministrada por Fibertech AB, Suecia, y se evaluó el rendimiento de la resistencia en seco del papel obtenido mediante un comprobador de resistencia a la tracción suministrado por Lorentzen & Wettre, Suecia. La mezcla de constituyentes se basó en pulpa kraft blanqueada de agujas (NBKP), pulpa kraft blanqueada de hojas (LBKP) y GCC como material de carga. La consistencia de la suspensión celulósica acuosa (pasta papelera) fue 0,5% en peso y la conductividad se ajustó a 0,5 mS/cm mediante la adición de sulfonato de sodio. La pasta papelera se agitó a una velocidad de 700 rpm y se añadieron unos productos químicos a la pasta papelera presente en la tina de mezcla de la Dynamic Sheet Former, seguido de agitación. Las composiciones de material de carga de acuerdo con los ejemplos 2-5 se añadieron a la pasta papelera en cantidades variables para obtener unos contenidos de material de carga diferentes en el intervalo de 23 a 35,6% en peso. Los siguientes productos químicos también se añadieron de manera consecutiva en la siguiente secuencia, antes de fabricar las hojas de papel: C-Starch (8 kg/tonelada, en base a la hoja de papel seca) añadido 45 s antes del drenaje, C-PAM 1 (1 kg/tonelada, en base a la hoja de papel seca) añadida 30 s antes del drenaje, C-PAM 2 (0,2 kg/tonelada, en base a la hoja de papel seca) añadida 15 s antes del drenaje, sílice (0,5 kg/tonelada, calculada como SiO₂ y en base a la hoja de papel seca) añadida 5 s antes del drenaje. Luego se formaron unas hojas de papel mediante bombear la pasta papelera desde la tina de mezcla por medio de la boquilla de desplazamiento al interior del tambor rotativo sobre la película de agua en la parte superior de la cinta sinfín de tela metálica, drenar la pasta papelera para formar una hoja, prensar y secar la hoja. Las hojas se evaluaron luego usando el comprobador de resistencia a la tracción. Los resultados se muestran en la Tabla 1 y la Fig. 1, en las que PAC [kg/tonelada] indica la cantidad de PAC calculado como Al₂O₃ por tonelada de GCC, y CMC 1 [kg/tonelada] y CMC 2 [kg/tonelada] indican la cantidad de la CMC específica por tonelada de GCC.

Tabla 1

Ensayo N°	PAC [kg/tonelada]	CMC 1 [kg/tonelada]	CMC 2 [kg/tonelada]	Contenido de material de carga [% en peso]	Índice de tracción [kNm/kg]
1	-	-	-	24,9	40,43
2	-	-	-	27,6	35,57
3	-	-	-	32,5	31,01
4	-	10	-	23,0	44,81
5	-	10	-	28,2	38,61
6	-	10	-	32,9	34,35
7	0,2	10	-	23,6	45,53
8	0,2	10	-	28,2	39,79
9	0,2	10	-	33,2	34,24
10	0,8	10	-	24,6	45,54
11	0,8	10	-	30,3	38,34
12	0,8	10	-	34,8	33,78
13	-	-	10	25,6	46,81
14	-	-	10	29,9	40,84
15	-	-	10	34,9	35,71
16	0,2	-	10	26,1	46,4
17	0,2	-	10	30,9	40,83
18	0,2	-	10	34,9	36,73
19	0,8	-	10	26,1	46,89
20	0,8	-	10	30,8	41,62
21	0,8	-	10	35,6	36,22

Ejemplo de referencia 7

Este ejemplo ilustra el uso en la fabricación de papel de las composiciones de material de carga de acuerdo con los ejemplos 2-5. Las propiedades de resistencia de los productos de papel obtenidos se evaluaron de acuerdo con el procedimiento general del ejemplo 6, excepto que las composiciones de material de carga se añadieron en unas cantidades adecuadas para conseguir un contenido de material de carga de los productos de papel obtenidos de aproximadamente 35% en peso. El rendimiento del drenaje se evaluó por medio de un analizador de drenaje dinámico (DDA), disponible en Akribi AB, Suecia, que mide el tiempo necesario para drenar un volumen establecido de pasta papelera. La pasta papelera se agitó en un recipiente con deflectores a una velocidad de 1.500 rpm durante el ensayo, mientras que se hacían adiciones de las composiciones de material de carga así como de los productos químicos, como se describe en el ejemplo 6 (excepto que no se añadió C-PAM 1). Se drenó un volumen de pasta papelera de 800 ml por medio de una cinta sinfín de tela metálica al retirar un obturador y aplicar vacío a ese lado de la cinta sinfín de tela metálica, opuesto al lado en el que estaba presente la pasta papelera. El rendimiento del drenaje se indica como el tiempo de deshidratación en segundos [seg.]. El rendimiento de la retención (retención en la primera pasada) se evaluó por medio de un nefelómetro midiendo la turbidez del filtrado del analizador de drenaje dinámico (DDA), el agua blanca, obtenido mediante el drenaje de la pasta papelera obtenida en el ensayo de rendimiento del drenaje. La turbidez se indica en unidades nefelométricas [NTU]. La demanda catiónica de partículas (PCD) se evaluó sobre el filtrado del DDA por medio de un PCD Mütéc. Se usaron 10 ml del filtrado mixto. La PCD se indica en microequivalentes de carga aniónica por litro de líquido ($\mu\text{eq/l}$). Los resultados se muestran en la Tabla 2, en la que PA [kg/tonelada] indica la cantidad de PA por tonelada de GCC.

Tabla 2

Ensayo Nº	PAC [kg/tonelada]	PA [kg/tonelada]	CMC 2 [kg/tonelada]	Tiempo de deshidratación [s]	Turbidez [NTU]	PCD [$\mu\text{eq/l}$]	Índice de tracción [kNm/kg]
1	-	-	10	7,8	518	125	28,60
2	-	0,25	10	7,4	442	114	-
3	-	0,5	10	7,0	352	91	29,70
4	-	1	10	7,5	191	84	30,10
5	-	2	10	7,0	164	53	29,90
6	-	4	10	4,9	168	22	33,20
7	0,5	-	10	7,4	318	97	30,10
8	0,5	0,25	10	7,0	223	89	-
9	0,5	0,5	10	6,2	199	64	29,80
10	0,5	1	10	6,7	132	51	31,20
11	0,5	2	10	4,6	120	32	31,90
12	0,5	4	10	4,5	140	14	33,30
13	1	-	10	6,8	168	73	30,40
14	1	0,25	10	5,7	206	51	-
15	1	0,5	10	5,6	104	46	30,70
16	1	1	10	5,2	120	36	31,80
17	1	2	10	3,9	103	23	31,00
18	1	4	10	4,1	113	13	33,60
19	2	-	10	4,1	100	26	30,40
20	2	0,25	10	4,1	101	28	-

ES 2 700 130 T3

21	2	0,5	10	4,3	82	23	29,90
22	2	1	10	3,6	84	21	32,00
23	2	2	10	4,2	75	16	30,20
24	2	4	10	4,2	68	11	32,70

Ejemplo de referencia 8

5 Este ejemplo ilustra otro método de preparación de composiciones de material de carga de acuerdo con la invención. Se añadió gota a gota bajo agitación una solución acuosa de polydadmac (0,5% en peso de polydadmac) a una suspensión acuosa de GCC (45% en peso de GCC) y la suspensión resultante se agitó durante algunos minutos, después de lo cual se añadió una solución acuosa de CMC (1% en peso de CMC) y la composición de material de carga obtenida se diluyó con agua hasta 20% en peso de sólidos. Las composiciones de material de carga obtenidas se muestran en la Tabla 3.

Ejemplo 9

10 Este ejemplo ilustra otro método más de preparación de composiciones de material de carga según la invención. Se añadió gota a gota bajo agitación una solución acuosa de PAC (10% en peso de PAC, calculado como Al_2O_3) a una suspensión acuosa de GCC (45% en peso de GCC) y la suspensión resultante se agitó durante algunos minutos, después de lo cual se añadió gota a gota una solución acuosa de polydadmac (0,5% en peso polydadmac). La suspensión resultante se agitó durante algunos minutos, después de lo cual se añadió una solución acuosa de CMC (1% en peso de CMC) y la composición de material de carga obtenida se diluyó con agua hasta 20% en peso de sólidos. Las composiciones de material de carga obtenidas se muestran en la Tabla 3.

Ejemplo de referencia 10

20 Este ejemplo ilustra un método de preparación de composiciones de material de carga de acuerdo con la invención. Se añadió gota a gota bajo agitación una solución acuosa de PAC (10% en peso de PAC, calculado como Al_2O_3) a una suspensión acuosa de GCC (45% en peso de GCC) y la suspensión resultante se agitó durante algunos minutos, después de lo cual se añadió una solución acuosa de A-Starch (2% en peso de A-Starch) y la composición de material de carga obtenida se diluyó con agua hasta 20% en peso de sólidos. Algunas composiciones de material de carga se prepararon sin la adición de PAC. Las composiciones de material de carga obtenidas se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo de referencia 11

30 Este ejemplo ilustra el uso en la fabricación de papel de composiciones de material de carga de acuerdo con los ejemplos 2, 5 y 8. El drenaje, la retención y la PCD se evaluaron de acuerdo con el procedimiento general del ejemplo 7. Las composiciones de material de carga se añadieron en unas cantidades adecuadas para conseguir un contenido de material de carga de aproximadamente 35% en peso. Para medir la cantidad de CMC adherida al material de carga, se evaluó el contenido restante de CMC en la fase líquida de la composición de material de carga mediante el método de Anthrone (calibrado en contraste con la CMC). La preparación de la muestra se realizó mediante centrifugación, para separar el líquido del material de carga. El líquido se analizó para determinar la CMC expresada como concentración (g/l). En todos los ensayos de la Tabla 3, la concentración teórica de CMC en fase líquida fue 2.5 g/l. Los resultados se muestran en la Tabla 3, en la que PAC [kg/tonelada] indica la cantidad de PAC calculado como Al_2O_3 por tonelada de GCC y en la que polydadmac [kg/tonelada] indica la cantidad de polydadmac por tonelada de GCC.

Tabla 3

Ensayo Nº	PAC [kg/tonelada]	Polydadmac [kg/tonelada]	CMC 2 [kg/tonelada]	Tiempo de deshidratación [s]	Turbidez [NTU]	PCD [µeq/l]	CMC en el líquido [g/l]
1	-	-	10	9,9	400	162	2,37
2	-	0,5	10	9,4	272	136	2,23
3	-	1	10	8,9	300	125	2,05
4	0,5	-	10	8,5	245	128	1,53

ES 2 700 130 T3

5	0,5	0,5	10	7,6	200	102	1,27
6	0,5	1	10	6,8	160	87	1,03
7	1	-	10	7,2	184	94	1,04
8	1	0,5	10	6,3	165	82	0,75
9	1	1	10	6,1	135	64	0,54

Ejemplo de referencia 12

- 5 Este ejemplo ilustra el uso en la fabricación de papel de las composiciones de material de carga de acuerdo con el ejemplo 10. El drenaje, la retención y la PCD se evaluaron de acuerdo con el procedimiento general del ejemplo 7. Las composiciones de material de carga se añadieron en unas cantidades adecuadas para conseguir un contenido de material de carga de aproximadamente 35% en peso. Los resultados se muestran en la Tabla 4, en la que PAC [kg/tonelada] indica la cantidad de PAC calculado como Al_2O_3 por tonelada de GCC, y PS 158 [kg/tonelada] indica la cantidad del A-Starch específico por tonelada de GCC.

Tabla 4

Ensayo Nº	PAC [kg/tonelada]	PS 158 [kg/tonelada]	Tiempo de deshidratación [s]	Turbidez [NTU]	PCD [µeq/l]
1	-	-	5,1	120	33
2	-	10	5,8	120	66
3	-	20	5,8	185	98
4	-	40	6,5	190	150
5	0,5	10	3,6	100	39
6	0,5	20	4,3	115	63
7	0,5	40	4,7	140	117
8	1	10	3,5	90	30
9	1	20	4,0	95	55
10	1	40	4,3	90	103
11	2	10	3,6	100	25
12	2	20	3,6	100	42
13	2	40	4,1	125	88

10

Ejemplo de referencia 13

- 15 Este ejemplo ilustra un método de preparación en continuo de composiciones de material de carga. Una suspensión acuosa de GCC (75% en peso de GCC) se diluyó con agua en continuo hasta 45% en peso. A esta dilución con agua se añadió en continuo una solución acuosa de PA (20% en peso de PA) y una solución acuosa de PAC (10% en peso, calculado como Al_2O_3). La composición resultante se sometió a un primer mezclador estático y se añadió una solución acuosa de CMC (2% en peso de CMC). La composición resultante se sometió a un segundo mezclador estático. La composición final tenía 30% en peso de sólidos.

Ejemplo de referencia 14

- 20 Este ejemplo ilustra el uso en unos ensayos piloto de fabricación de papel PM de las composiciones de material de carga de acuerdo con el ejemplo 13. En la PMXp en Markaryd, Suecia, se produjo papel en continuo a aproximadamente 80 GSM. La pulpa se basó en la pulpa kraft de agujas (NBKP) y la pulpa kraft blanqueada de hojas (LBKP). En varias posiciones del sistema de fabricación de papel, se añadieron productos químicos y

ES 2 700 130 T3

5 composiciones de material de carga. Se añadió C-Starch (2% en peso de C-Starch) antes de la bomba de la tina de alimentación, se añadió PAC (10% en peso de PAC, calculado como Al_2O_3) en la bandeja de agua blanca, se añadió la composición de material de carga antes de la bomba de la caja de entrada, se añadió C-PAM 2 (0,067% en peso) después de la bomba de la caja de entrada y se añadió sílice (0,5% en peso) justo antes de la admisión de la caja de entrada. La pasta papelera de la caja de entrada era de 0,4% en peso. Se evaluaron las propiedades de resistencia del papel obtenido midiendo la resistencia a la tracción, la adherencia Scott, la resistencia a la tracción en la dirección z y la perforación de la cera (todas ellas facilitadas por Lorenzen & Wettre, Suecia). Se evaluó la energía específica de secado (kW).

Tabla 5

Ensayo Nº	Productos químicos (en base al papel producido)				Composición de material de carga (en base al material de carga seco)		
	PAC kg/tonelada	CS kg/tonelada	PL 1510 kg/tonelada	NP 320 kg/tonelada	CMC 2 kg/tonelada	PAC kg/tonelada	PA kg/tonelada
1	1	8	0,2	6	0	0	0
2	1	11,2	0,28	6	0	0	0
3	1	9,6	0,24	6	10	1	3
4	1	11,2	0,28	6	10	1	3

10

Ensayo Nº	Propiedades de la hoja					Datos de la PM
	Material de carga %	Índice de tracción kNm/kg	Adherencia Scott J/m ²	Resistencia a la tracción en la dirección z kPa	Perforación de la cera número	Ajuste del secador kW
1	24,6	28,91	164,22	475,7	7	90
2	35,6	19,77	128,1	427	6	50
3	23,9	40,25	364,14	524,4	13	80
4	35,9	30,99	299,04	490,1	9	45

Ejemplo de referencia 15

15 Este ejemplo ilustra el uso en la fabricación de papel de las composiciones de material de carga de acuerdo con los ejemplos 2 y 5. El drenaje y la retención presentados en la siguiente Tabla 6 se evaluaron de acuerdo con el procedimiento general del ejemplo 7. Los siguientes productos químicos también se añadieron de manera consecuente en la siguiente secuencia, antes de realizar los ensayos de drenaje y retención: C-Starch (8 kg/tonelada en base a la hoja de papel seca) añadido 45 s antes del drenaje, C-PAM 2 (0.1 kg/tonelada en base a la hoja de papel seca) añadida 15 s antes del drenaje, sílice (0,5 kg/tonelada, calculada como SiO_2 y en base a la hoja de papel seca) añadida 5 s antes del drenaje.

20

Tabla 6

Ensayo Nº	PAC [kg/tonelada]	CMC 1 [kg/ tonelada]	CMC 2 [kg/tonelada]	Tiempo de deshidratación [seg.]	Turbidez [NTU]
1	-	-	-	6,4	223
2	-	1	-	15,6	453
3	-	3	-	20,5	585
4	-	5	-	23	730

ES 2 700 130 T3

5	-	10	-	27,4	1.150
6	0,2	1	-	4,9	177
7	0,6	3	-	13	408
8	1	5	-	18,5	537
9	-	-	1	8,1	273
10	-	-	3	14,2	355
11	-	-	5	17,6	427
12	0,2	-	1	-	-
13	0,6	-	3	4,1	240
14	1	-	5	8,5	276

REIVINDICACIONES

1.- Una composición de material de carga que comprende:

- a) un material de carga,
- b) un compuesto inorgánico catiónico que es un cloruro de polialuminio,
- 5 c) un compuesto orgánico catiónico que es un polímero orgánico catiónico, y
- d) un polisacárido aniónico con un grado de sustitución de grupos aniónicos netos de hasta 0,65,

en donde el material de carga está presente en una cantidad de al menos 1% en peso, en base al peso total de la composición, el polisacárido aniónico está presente en una cantidad de 1 a 100 kg/tonelada, en base al peso del material de carga, estando presentes cada uno de los compuestos inorgánicos y orgánicos en una cantidad de hasta 10 30 kg/tonelada, en base al peso del material de carga, y en donde la composición comprende de 0 a 0,5% en peso de fibras.

2.- Una composición de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el compuesto orgánico catiónico es una poliamina catiónica, una poliamidoamina catiónica, una polietilenimina catiónica, un polímero catiónico de dicianidamida, un 15 polímero catiónico a base de acrilamida, un polímero catiónico a base de acrilato, un polímero catiónico a base de vinilamina/vinilformamida o un polímero catiónico a base de cloruro de dialil-dialquil-amonio.

3.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, en donde el material de carga se selecciona del grupo que consiste en caolín, arcilla china, dióxido de titanio, yeso, talco y carbonato de calcio.

4.- Una composición de acuerdo con la reivindicación 3, en donde el material de carga es carbonato de calcio.

5.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el material de carga está 20 presente en la composición en una cantidad de 5 a 50% en peso, en base a la composición.

6.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el compuesto inorgánico catiónico está presente en la composición en una cantidad de 0,1 a 15 kg/tonelada, en base al peso del material de carga.

7.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el compuesto 25 orgánico catiónico tiene un peso molecular promedio en peso de 1.000 a 4.000.000.

8.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el compuesto orgánico catiónico tiene una densidad de carga en el intervalo de 0,2 a 15 meq/g.

9.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el compuesto orgánico catiónico está presente en la composición en una cantidad de 0,1 a 15 kg/tonelada, en base al peso del 30 material de carga.

10.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el polisacárido aniónico es un derivado de la celulosa.

11.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el polisacárido aniónico es una carboximetilcelulosa.

35 12.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el polisacárido aniónico tiene grupos amonio cuaternario.

13.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el polisacárido aniónico tiene un grado de sustitución de grupos aniónicos netos que varía de 0,15 a 0,50.

40 14.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el polisacárido aniónico está presente en la composición en una cantidad de 3 a 30 kg/tonelada, en base al peso del material de carga.

15.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la composición es una composición acuosa.

45 16.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la composición comprende fibras o fibrillas de celulosa o lignocelulosa en una cantidad menor de 1% en peso, en base al material de carga.

17.- Una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la relación en peso entre los compuestos catiónicos inorgánicos y orgánicos y el polisacárido aniónico es de 1:1 a 1:40.

- 18.- Un método de preparación de la composición de material de carga de cualquiera de las reivindicaciones precedentes mediante mezcla.
- 19.- Un método de acuerdo con la reivindicación 18, en donde el polisacárido aniónico se añade al material de carga con posterioridad a la adición del compuesto inorgánico catiónico y el compuesto orgánico catiónico.
- 5 20.- Un método de acuerdo con la reivindicación 18 ó 19, en donde el método se realiza en una línea de material de carga de una máquina para fabricar papel.
- 21.- El uso de una composición de material de carga de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17 como aditivo para una suspensión celulósica acuosa en un procedimiento de fabricación de papel.
- 10 22.- Un procedimiento de producción de papel que comprende añadir una composición de material de carga según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17 a una suspensión acuosa celulósica, y drenar la suspensión obtenida.
- 23.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 22, en donde el procedimiento comprende además introducir en la suspensión celulósica adyuvantes de drenaje y retención.
- 24.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 23, en donde los adyuvantes de drenaje y retención comprenden un polímero aniónico, anfótero o catiónico a base de acrilamida.
- 15 25.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 22 a 24, en donde el procedimiento comprende además añadir a la suspensión celulósica acuosa un material silíceo.
- 26.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 25, en donde el material silíceo comprende partículas a base de sílice o bentonita.
- 20 27.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 22 a 26, en donde un agente de encolado se añade a la suspensión celulósica acuosa o se aplica al papel.
- 28.- Un papel que se puede obtener mediante un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 22 a 27.
- 29.- Un papel que comprende una composición de material de carga según se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17.

FIG. 1

