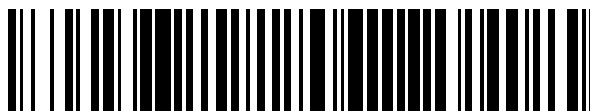


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 701 857**

51 Int. Cl.:

D21C 5/02 (2006.01)

D21B 1/02 (2006.01)

D21B 1/08 (2006.01)

D21H 11/14 (2006.01)

D21H 11/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.05.2013 E 13382163 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.09.2018 EP 2660388**

54 Título: **Procedimiento para la obtención de celulosa nanofibrilada a partir de papel recuperado**

30 Prioridad:

03.05.2012 ES 201230663

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

26.02.2019

73 Titular/es:

**SOCIEDAD ANÓNIMA INDUSTRIAS CELULOSA
ARAGONESA - SAICA (100.0%)
San Juan de la Peña, 144
50015 Zaragoza, ES**

72 Inventor/es:

**GONZÁLEZ ALONSO, SUSANA;
CRESPO MIÑANA, ANA CRISTINA;
GONZÁLEZ ÁLVAREZ, AZUCENA;
GONZÁLEZ MIGUEL, PABLO;
MENA DÍAZ DE CORCUERA, ALBERTO y
IBARZ RIC, GEMMA**

74 Agente/Representante:

CAPITAN GARCÍA, Nuria

ES 2 701 857 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la obtención de celulosa nanofibrilada a partir de papel recuperado

5 OBJETIVO DE LA INVENCION

Es un objetivo de la presente invención, como se indica en el título de la invención, un procedimiento para obtener celulosa nanofibrilada a partir de papel reciclado o recuperado, o a partir de pasta de papel recuperada o a partir de celulosa recuperada.

10

La presente invención se caracteriza por la materia prima y las características técnicas de algunas de las etapas, lo que permite obtener celulosa nanofibrilada a partir de papel recuperado, donde la materia prima consiste en papel reciclado o recuperado o en pasta de papel recuperada o celulosa recuperada.

15

Por lo tanto, la presente invención está relacionada con procedimientos para obtener celulosa nanofibrilada.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

20

En el estado de la técnica se conocen diferentes documentos (patentes y solicitudes de patente) que describen diferentes procedimientos para obtener celulosa nanofibrilada.

25

En la patente US4483743, la celulosa nanofibrilada se obtiene a partir de una suspensión líquida de celulosa virgen que se somete a un tratamiento previo de calentamiento de 50 °C a 80 °C, que se procesa pasándola a través de un homogeneizador de alta presión.

30

La solicitud de patente WO2011051882 A1 describe un procedimiento para obtener celulosa nanofibrilada obtenida a partir de algodón, cereales, maderas duras y blandas que se someten a un tratamiento previo con enzimas, que se procesa mediante una extrusora de doble tornillo.

35

En la solicitud de patente WO2010/149711 A2, la materia prima a partir de la que se obtiene celulosa nanofibrilada es papel blanco reciclado, papel de color de diferentes colores o papeles blanqueados, que se someten a un tratamiento previo que comprende el uso de una trituradora de papel con un molino de martillos intercambiable adecuado para la preparación de cáñamo, paja de cereales y otros materiales lignocelulósicos, relacionados con la separación de materiales extraños (opuestos) (madera, metal, piedra, plásticos, etc.) y un sistema de limpieza, incluida la eliminación de polvo.

40

La solicitud de patente WO2011055148 describe un aparato y un procedimiento para procesar fibras de celulosa, que deja la fuente de material celulósico muy abierta, sin usar solo papel, usando algunos tratamientos previos similares a los de la patente anterior.

45

La solicitud de patente WO 2010149711 A divulga un procedimiento y un aparato para desfibrilar fibras de celulosa, logrado a través de pasadas únicas o múltiples de suspensión de fibra de celulosa cruda o preprocesada, con un rango de consistencia de material sólido preferido de 35 % a 55 % a través de máquinas de procesamiento de fibra de doble tornillo.

50

La solicitud de patente LV 11867 A divulgó un procedimiento para obtener celulosa de microcristal a partir de desechos de procesamiento mecánico de madera no seca (por ejemplo, aserrín), mediante el uso de un proceso de craqueo de vapor de una sola etapa sin tratamiento posterior mecánico o químico adicional.

55

Sin embargo, ninguna de las patentes o solicitudes de patente anteriores describe un procedimiento para obtener celulosa nanofibrilada a partir de papel recuperado, obteniendo celulosa nanofibrilada con características similares a la obtenida a partir de celulosa virgen.

60

Por lo tanto, un objetivo de la presente invención es desarrollar un procedimiento para obtener celulosa nanofibrilada que, a partir del material reciclado (papel reciclado o recuperado, o pasta de papel recuperada o celulosa recuperada) obtenga celulosa con características similares a la obtenida de celulosa virgen, desarrollando un procedimiento como el descrito a continuación y contenido en la primera reivindicación.

DESCRIPCION DE LA INVENCION

5 El objetivo de la invención es un procedimiento para obtener celulosa nanofibrilada a partir de papel reciclado o recuperado o a partir de pasta de papel recuperada o a partir de celulosa recuperada. La característica distintiva con respecto al estado de la técnica no es solo el hecho de comenzar con papel recuperado, pasta de papel recuperada o celulosa recuperada, sino las etapas donde la materia prima ha tenido que tratarse con el fin de obtener celulosa nanofibrilada con características similares a la obtenida a partir de la fibra virgen.

10 Para eso, la materia prima debe someterse a un procedimiento que comprenda una etapa de tratamiento previo químico y una segunda etapa de tratamiento mecánico.

15 La etapa de tratamiento previo químico tiene dos objetivos: por un lado, el debilitamiento de la fibra de celulosa y, por otro lado, la eliminación de cargas inorgánicas que pueden actuar como promotoras de la aglomeración de las fibras, concretamente, la purificación se dirige, mediante la eliminación de rellenos minerales sin atacar las fibras mediante la eliminación de carbonatos, entre otros rellenos minerales.

20 Entre todos los productos probados y buscados, se piensa que el producto que limpia todas las fibras del material celulósico original de la mayor parte de la carga mineral es ácido acético, sumergiéndose la materia prima en una dilución de ácido acético (el ácido acético puro que es un líquido transparente e incoloro se diluyó con agua) durante un tiempo y sometido a un proceso de agitación.

25 La segunda etapa consiste en un tratamiento mecánico en el que se aplican algunas fuerzas de cizallamiento con el fin de separar de manera longitudinal y completa las fibras de celulosa ya debilitadas en el paso anterior.

30 La aplicación de fuerzas de cizallamiento para separar longitudinalmente las fibras puede tener lugar mediante un mezclador o equipo similar para crear suficiente cizallamiento en la pasta de celulosa.

35 Por lo tanto, el objetivo de la invención es un procedimiento para obtener celulosa nanofibrilada a partir de una materia prima que consista en papel reciclado o recuperado o en pasta de papel recuperada o celulosa recuperada, en donde el procedimiento comprende las siguientes etapas:

- 1) sumergir la materia prima en dilución de ácido acético en un rango de 10 % a 50 % de concentración por dilución con agua de ácido acético puro,
- 2) agitar la materia prima sumergida en la dilución de ácido acético, el tiempo estará en correspondencia con la concentración de ácido acético,
- 3) someter el material celulósico a un proceso mecánico de separación de fibras de celulosa ya debilitadas, mediante fuerzas de cizallamiento.

40 **MODO DE REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION**

45 Para el modo de realización preferente de la invención, la dilución de ácido acético en la que se sumerge la materia prima (papel recuperado, pasta de papel recuperada o pasta de celulosa recuperada) estará en una concentración del 10 % al 50 % por volumen de dilución de ácido acético puro, dependiendo del tiempo que la materia prima se sumerge en la dilución. Cuanto menor es la dilución, mayor es el tiempo de inmersión, y cuanto mayor es la concentración de dilución de ácido acético, menor es el tiempo de inmersión, lo que significa que, para una dilución de ácido acético de baja concentración, el tiempo de inmersión de la materia prima será mayor que cuando se usa una dilución de ácido acético más concentrada.

50 El tiempo que la materia prima permanece inmersa en la dilución del ácido acético estará en una relación inversa a la concentración de la dilución del ácido acético, tomando como referencia y no como un valor límite que, para una dilución del ácido acético de una concentración del 35 %, el tiempo adecuado de inmersión para la materia prima será de 20 minutos.

55 En ningún caso, los datos de la dilución de ácido acético en los que se sumerge la materia prima y el tiempo requerido deben tomarse como limitativos, ajustándose de acuerdo con la conveniencia y teniendo en cuenta la relación (cuanto mayor es la concentración, menor es el tiempo requerido, mientras que, cuanto menor es la concentración, mayor es el tiempo requerido) de los dos, pudiendo alcanzar valores más precisos después de caracterizar la celulosa obtenida mediante el análisis de las características físico-químicas.

60 En cuanto al procesamiento mecánico para la separación longitudinal de fibras, tiene lugar mediante la aplicación de fuerzas de cizallamiento, que a su vez pueden aplicarse, entre otros procedimientos, por medio de un mezclador o equipo similar capaz de crear suficiente cizallamiento sobre la pasta de

ES 2 701 857 T3

celulosa. La velocidad del mezclador estará preferentemente, pero no limitada a, en el rango de 20 a 600 rpm.

5 La humedad de la pasta obtenida estará en el rango de 30 % a 50 %, mientras que la temperatura a la que se realizará el proceso será de 25 °C a 95 °C.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para obtener celulosa nanofibrilada **caracterizado por que** el procedimiento comienza a partir de una materia prima que consiste en papel reciclado o recuperado o en pasta de papel recuperada o celulosa recuperada, que comprende las etapas de
5
sumergir la materia prima en una dilución de ácido acético en un rango de 10 % a 50 %, seguido de,
10
agitar la materia prima sumergida en la dilución del ácido acético y, para terminar, someter el material celulósico a un proceso mecánico de separación longitudinal de las fibras que tiene lugar mediante la aplicación de fuerzas de cizallamiento;
15
en donde el tiempo que la materia prima permanece en la dilución del ácido acético está en una relación inversa con la concentración de la dilución del ácido acético, por lo que cuanto menor es la concentración de la dilución del ácido acético, mayor es el tiempo de inmersión, y cuanto mayor es la concentración de la dilución del ácido acético, menor es el tiempo de inmersión.
2. Procedimiento para obtener celulosa nanofibrilada, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que la aplicación de fuerzas de cizallamiento se realiza mediante un mezclador capaz de crear suficiente cizallamiento en el material celulósico sumergido en la dilución de ácido acético.
20
3. Procedimiento para obtener celulosa nanofibrilada, de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado por que la velocidad de la mezcladora estará en el intervalo de 20 a 600 rpm.