

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 717 775**

51 Int. Cl.:

D21C 9/18 (2006.01)
C08B 15/02 (2006.01)
D21F 3/00 (2006.01)
D21H 11/18 (2006.01)
B01D 33/00 (2006.01)
F26B 13/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.11.2014 PCT/IB2014/002347**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.05.2015 WO15068019**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.11.2014 E 14860160 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.01.2019 EP 3066258**

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

30 Prioridad:

07.11.2013 SE 1351315

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.06.2019

73 Titular/es:

**STORA ENSO OYJ (100.0%)
P.O. Box 309
00101 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**NOUSIAINEN, LAURA;
KOSTIAINEN, PETTERI;
SAARINEN, PETTERI y
NORDSTRÖM, JAN-ERIK**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 717 775 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 deshidratar celulosa microfibrilada

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un proceso para deshidratar una suspensión que comprende celulosa microfibrilada sometiendo la suspensión a presión mecánica.

Antecedentes

10 La celulosa microfibrilada (MFC, por sus siglas en inglés), que es un tipo de polisacárido nanofibrilado y que también se conoce como nanocelulosa, es un material típicamente hecho a partir de fibras de celulosa de madera. También puede hacerse a partir de fuentes microbianas, fibras agrícolas, etc. En la celulosa microfibrilada, las microfibrillas individuales se han separado parcial o totalmente entre sí.

La celulosa microfibrilada tiene una capacidad de unión al agua muy alta y, por lo tanto, es muy difícil disminuir el contenido de agua de una suspensión que comprende celulosa microfibrilada. El alto contenido de agua de una suspensión que comprende celulosa microfibrilada a menudo impide el uso de MFC en muchas aplicaciones diferentes donde se requeriría MFC con alto contenido de sólidos.

15 Hoy en día existen varios métodos diferentes para eliminar el agua de una suspensión que comprende celulosa microfibrilada. Por ejemplo, es posible utilizar diferentes técnicas de secado. Ejemplos de diferentes técnicas de secado son la evaporación o la sublimación, tal como el secado por pulverizado o el secado por congelación. Sin embargo, estas técnicas requieren bastante energía y, por lo tanto, no son tan rentables de usar en procesos a gran escala. Además, la hornificación de las fibras de celulosa microfibrilada a menudo tiende a producirse cuando el agua se elimina con diferentes técnicas de secado. La hornificación es cuando se forman enlaces irreversibles entre las fibras. Cuando se ha producido la hornificación, no es posible que las fibras se expandan y se hinchen en el agua y, por lo tanto, se pierde la capacidad inicial de unión de las fibras al agua. La hornificación se puede prevenir mediante la adición de productos químicos que físicamente previenen o modifican las fibras de tal manera que la formación de enlaces entre las fibras de celulosa se limite o impida. El documento CA1208631A describe un proceso para redispersar celulosa microfibrilada seca mediante la adición de aditivos que impedirán que las fibrillas se unan entre sí y, por lo tanto, también impide la hornificación de las fibras.

20 El documento US3378435 describe la deshidratación de la pulpa y el documento WO2012156880 describe la deshidratación de celulosa microfibrilada mediante el uso de un campo eléctrico. Mediante el uso de un campo eléctrico es posible aumentar la deshidratación de MFC. Sin embargo, este es un proceso bastante lento, complicado y que consume energía.

25 Anteriormente, la deshidratación mecánica, como la centrifugación, la sedimentación y la filtración, para eliminar el agua de una suspensión que comprende celulosa microfibrilada, no ha sido muy exitosa debido principalmente a las características de la suspensión. La celulosa microfibrilada con un cierto contenido seco está en forma de gel. Un problema al prensar un gel es que el gel "escapará" a través de todas las posibles aberturas cuando se aplique la presión mecánica, es decir, no solo se eliminará el agua a través de las aberturas previstas. Además, si se usa un cable durante el prensado, la celulosa microfibrilada tiene la tendencia de obstruir el cable. La filtración es un método que también se puede utilizar. Sin embargo, es muy difícil eliminar el agua de una suspensión que comprende MFC por filtración debido a la densa banda formada por la suspensión, que generalmente requiere presiones excesivamente altas y largos tiempos de filtración.

30 Por lo tanto, existe la necesidad de un proceso mejorado para la deshidratación de una suspensión que comprende celulosa microfibrilada.

Sumario de la invención

El objeto de la presente invención es proporcionar un proceso para deshidratar una suspensión que comprende celulosa microfibrilada de manera mejorada.

35 Este objeto, así como otros objetos y ventajas, se logran mediante el proceso de acuerdo con la reivindicación 1. La presente invención se refiere a un proceso para deshidratar una suspensión que comprende celulosa microfibrilada únicamente sometiendo la suspensión a presión mecánica, en donde el proceso comprende las etapas de, proporcionar una suspensión que comprende celulosa microfibrilada y un líquido, someter la suspensión a una primera presión mecánica para deshidratar la suspensión, someter la suspensión a una segunda presión mecánica para deshidratar más la suspensión, en donde la segunda presión es mayor que la primera presión. Se ha demostrado que al someter una suspensión que comprende celulosa microfibrilada a una presión mecánica creciente en las etapas de tratamiento posteriores, es posible deshidratar mecánicamente la suspensión de una manera muy buena y eficaz.

40 El proceso puede comprender además la etapa de someter la suspensión a una tercera presión mecánica cuya tercera presión es mayor que la segunda presión. Al tratar la suspensión en tres etapas consecutivas, se ha demostrado que

la eficiencia de la deshidratación puede aumentar aún más.

5 La suspensión se conduce entre dos cables antes de que la suspensión se someta a la primera presión mecánica. Es preferible que la suspensión esté sometida a la presión mecánica cuando la suspensión está entre dos cables, por ejemplo, con el uso de un equipo de deshidratación de doble cable. Puede ser preferible utilizar el equipo de deshidratación de doble cable en cada etapa de tratamiento posterior en la que la suspensión se someta a presión mecánica.

10 La suspensión se somete preferiblemente a la primera, segunda y/o tercera presión mecánica sometiendo la suspensión a través de un espacio con forma de cuña. El espacio con forma de cuña somete la suspensión a una presión creciente a medida que la suspensión pasa a través del espacio. Se ha demostrado que el uso de un espacio con forma de cuña es una etapa del proceso muy suave que se ha demostrado que es capaz de deshidratar una suspensión que comprende celulosa microfibrilada de una manera muy eficaz. Puede ser preferible utilizar el espacio con forma de cuña en la primera etapa de deshidratación.

15 La suspensión puede someterse a la primera, segunda y/o tercera presión mecánica conduciendo la suspensión sobre un rodillo que tiene un primer diámetro de rodillo. La suspensión puede someterse adicionalmente a la segunda y/o tercera presión mecánica conduciendo la suspensión sobre un rodillo que tiene un segundo diámetro de rodillo, siendo dicho segundo diámetro de rodillo menor que el primer diámetro de rodillo. Puede ser preferible conducir la suspensión sobre más de un rodillo que tiene un segundo diámetro de rodillo. Se encontró que al conducir la suspensión sobre los rodillos, la deshidratación de la suspensión se puede hacer de una buena manera.

20 La suspensión se conduce preferiblemente entre dos cables que se conducen sobre el/los rodillo/s. Al conducir cables dobles sobre un rodillo, la presión en el cable exterior, por ejemplo el cable que no está en contacto con el rodillo, aumentará y, de esta manera, la suspensión, que se encuentra entre los cables, se verá sometida a un aumento de la presión. Al conducir los cables sobre un rodillo que tiene un primer diámetro grande, la suspensión se someterá a una presión mecánica específica. Después, al conducir los cables sobre un segundo rodillo con un segundo diámetro menor, la presión sobre el cable exterior aumentará debido a la reducción del diámetro del rodillo. De esta manera, la suspensión se someterá a una presión mayor en comparación con cuando los cables se condujeron sobre el primer rodillo.

25 El contenido seco de la suspensión que comprende celulosa microfibrilada antes de someter la suspensión a la primera presión mecánica es preferiblemente de aproximadamente 0,1 a 10 % en peso y el contenido seco de la suspensión deshidratada que comprende celulosa microfibrilada es preferiblemente de aproximadamente 1 a 50 % en peso.

30 **Descripción detallada de la invención**

La presente invención se refiere a un proceso para deshidratar una suspensión que comprende celulosa microfibrilada y un líquido. Debido a las características de la celulosa microfibrilada, por ejemplo, su tamaño, distribución de tamaño y enlaces de fibra, normalmente es muy difícil deshidratar una suspensión que contiene celulosa microfibrilada.

35 Se encontró sorprendentemente que sometiendo una suspensión que comprende celulosa microfibrilada a una presión mecánica creciente en al menos dos etapas consecutivas, se puede mejorar la deshidratación. Por lo tanto, se encontró que era posible deshidratar la suspensión únicamente sometiendo la suspensión a presiones mecánicas, es decir, no se utilizaron otros métodos de deshidratación, como el aumento de la temperatura, la electroósmosis, el campo eléctrico, etc.

Definición de celulosa microfibrilada

40 La celulosa microfibrilada (MFC) también se conoce como nanocelulosa. Es un material típicamente hecho de fibras de celulosa de madera, tanto a partir de fibras de madera dura como de madera blanda. También se puede fabricar a partir de fuentes microbianas, por ejemplo, fibras fermentadas de algas marinas, fibras agrícolas como pulpa de paja de trigo, bambú u otras fuentes de fibra que no sean de madera. En la celulosa microfibrilada, las microfibrillas individuales se han separado por completo entre sí. Una fibrilla de celulosa microfibrilada suele ser muy delgada (por ejemplo, una anchura de 5 a 200 nm) y la longitud suele estar entre 100 nm y 10 µm. Sin embargo, las microfibrillas también pueden ser más largas, por ejemplo, entre 10 y 200 µm, incluso se pueden encontrar longitudes de 2000 µm debido a la amplia distribución de la longitud.

Además, la microcelulosa (MC) o la celulosa nanofibrilada (NFC) también se incluyen en la definición de MFC.

50 Las fibrillas también pueden ser fibrillas revestidas con polímeros, es decir, una fibrilla modificada química o físicamente, siendo por lo tanto hidrófilas o hidrófobas.

55 La celulosa microfibrilada (MFC) se puede producir de varias maneras diferentes. Es posible tratar mecánicamente las microfibrillas que forman las fibras de celulosa. La producción de nanocelulosa o celulosa microfibrilada con bacterias, o fermentación, es otra opción. También es posible producir microfibrillas a partir de celulosa con la ayuda de diferentes productos químicos y/o enzimas que romperán los enlaces interfibrilares, o incluso disolverán las fibras y fibrillas. Un ejemplo de producción de celulosa microfibrilada (MFC) se muestra en el documento WO2007091942

que describe la producción de MFC con la ayuda del refino en combinación con la adición de una enzima.

Definición de deshidratación

Con la deshidratación de la suspensión, se quiere decir que el líquido se elimina de la suspensión y, por lo tanto, se incrementa el contenido seco de la suspensión.

5 La presente invención se refiere a un proceso para deshidratar una suspensión que comprende celulosa microfibrilada únicamente sometiendo la suspensión a presiones mecánicas, en donde el proceso comprende las etapas de proporcionar una suspensión que comprende celulosa microfibrilada y un líquido, someter la suspensión a una primera presión mecánica para deshidratar la suspensión, someter la suspensión a una segunda presión mecánica para deshidratar más la suspensión, en donde la segunda presión es mayor que la primera presión. Puede ser ventajoso deshidratar la suspensión también en una tercera etapa sometiendo la suspensión a una tercera presión mecánica, tercera presión mecánica la cual es mayor que la segunda presión. Dependiendo del contenido seco de la suspensión que se somete a las etapas de deshidratación, el número de etapas requeridas para obtener una suspensión con el contenido seco deseado puede variar. Es posible someter la suspensión a más de tres presiones mecánicas diferentes, en donde la presión mecánica en cada etapa posterior es mayor que la presión en la etapa anterior. Puede ser preferible someter la suspensión a cuatro, cinco, seis o siete presiones mecánicas posteriores.

20 Se ha demostrado que deshidratando una suspensión que comprende celulosa microfibrilada, sometiendo la suspensión a al menos dos etapas de deshidratación mecánica con presión creciente de acuerdo con la invención, no se producirá una hornificación sustancial de las fibras microfibriladas. Por tanto, es posible que la celulosa microfibrilada deshidratada se hinche cuando la celulosa microfibrilada se redispersa en agua. Esto es de gran importancia cuando la celulosa microfibrilada, por ejemplo, se utiliza como aditivo de resistencia, como espesante o como modificador de la viscosidad. Además, la capacidad de unión de la celulosa microfibrilada deshidratada también es muy buena, es decir, no se ha observado una disminución sustancial en la capacidad de unión. Además, el proceso para deshidratar una suspensión de acuerdo con la invención hace posible deshidratar la suspensión de una manera muy eficiente energéticamente.

25 La suspensión comprende celulosa microfibrilada y un líquido. El líquido puede ser agua, por ejemplo, agua desionizada, un disolvente y mezclas de diferentes disolventes y/o líquidos. El disolvente puede ser un alcohol, como isopropanol, polietilenglicol, glicol o etanol. Los disolventes, como el isopropanol, pueden cambiar la tensión superficial de la suspensión y esto favorecerá la deshidratación.

30 La suspensión también puede comprender fibras de longitud regular. Sin embargo, se prefiere utilizar una suspensión que comprende altas cantidades de celulosa microfibrilada. A menudo se prefiere una suspensión que comprende celulosa microfibrilada en una cantidad de 80 a 100 % en peso, o 80 a 90 % en peso. En muchos casos, se prefiere que la suspensión comprenda el 100 % de celulosa microfibrilada, es decir, que no haya fibras de mayor tamaño. La cantidad de celulosa microfibrilada depende del uso final de la celulosa microfibrilada.

35 La suspensión se conduce entre dos cables antes de que la suspensión se someta a la primera presión mecánica. Es preferible que la suspensión esté sometida a la presión mecánica cuando la suspensión está entre dos cables, por ejemplo, usando un equipo de deshidratación de doble cable. Puede ser preferible utilizar el equipo de deshidratación de doble cable en cada etapa de tratamiento posterior en la que la suspensión se someta a presión mecánica. Se ha demostrado que al someter la suspensión entre dos cables, es decir, al uso de un equipo de deshidratación de doble cable, es posible deshidratar una suspensión que comprende celulosa microfibrilada de acuerdo con la presente invención de una manera muy buena. Se encontró sorprendentemente que era posible aumentar el contenido seco a niveles bastante altos, es decir, contenidos secos de hasta un 50 % en peso, conduciendo la suspensión entre dos cables y posteriormente sometiendo la suspensión a una presión creciente en las etapas posteriores. Una teoría de por qué funciona tan bien con el uso de cables dobles, es que cuando la suspensión está siendo sometida lentamente a un aumento de presión, la suspensión forma una torta de filtración, que tiende a permanecer entre los cables.

45 La suspensión se somete preferiblemente a la primera, segunda y/o tercera presión mecánica sometiendo la suspensión a través de un espacio con forma de cuña. El espacio con forma de cuña somete la suspensión a una presión creciente a medida que la suspensión pasa a través del espacio. Se ha demostrado que el uso de un espacio con forma de cuña es una etapa de proceso muy suave que se ha demostrado que es capaz de deshidratar una suspensión que comprende MFC de una manera muy eficiente. Puede ser preferible utilizar el espacio con forma de cuña en la primera etapa de deshidratación. La presión en el espacio con forma de cuña varía preferiblemente entre 0,1 a 1 MPa. La suspensión se somete a la presión en el espacio con forma de cuña durante un período de 1 segundo a 10 minutos, dependiendo del contenido seco de la suspensión que entra en el espacio con forma de cuña y del contenido seco deseado de la suspensión que se alimenta desde el espacio con forma de cuña.

55 La suspensión puede someterse a la primera, segunda y/o tercera presión mecánica conduciendo la suspensión sobre un rodillo que tiene un primer diámetro de rodillo. La suspensión puede someterse adicionalmente a la segunda y/o tercera presión mecánica conduciendo la suspensión sobre un rodillo que tiene un segundo diámetro de rodillo, siendo dicho segundo diámetro de rodillo menor que el primer diámetro de rodillo. Puede ser preferible conducir la suspensión sobre más de un rodillo que tiene un segundo diámetro de rodillo. La suspensión se conduce preferiblemente entre

dos cables que se conducen sobre el/los rodillo/s. Al conducir el cable doble sobre un rodillo, la presión en el cable exterior, por ejemplo, el cable que no está en contacto con el rodillo aumentará y, de este modo, la suspensión, que se encuentra entre los cables, se verá sometida a un aumento de la presión. Al conducir los cables sobre un rodillo que tiene un primer diámetro grande, la suspensión se someterá a una presión mecánica específica. Posteriormente, al conducir los cables sobre un segundo rodillo con un segundo diámetro menor, la presión en el cable exterior aumentará debido a la reducción del diámetro del rodillo, esto se debe a que la diferencia de velocidad entre los cables aumenta cuando el diámetro de los rodillos disminuye. De esta manera, la suspensión se someterá a una presión mayor cuando se conduce sobre el segundo rodillo en comparación con cuando se conduce sobre el rodillo con el primer diámetro. Es preferible alternar qué cable es el cable "exterior" cuando se conducen los cables en más de un rodillo. De este modo, la suspensión que se encuentra entre los cables se someterá a una presión incrementada en ambos lados, lo que mejorará la deshidratación de la suspensión. El diámetro del primer rodillo es preferiblemente de 40 a 140 cm y la tensión de los cables que se conducen sobre el rodillo es preferiblemente de 30 a 150 N/cm. El diámetro del segundo rodillo es preferiblemente de 20 a 80 cm y la tensión de los cables que se conducen sobre el rodillo es preferiblemente de 30 a 150 N/cm.

La velocidad de los cables durante el proceso de deshidratación puede estar entre 0,1 a 200 m/min. La velocidad varía dependiendo del contenido seco de la suspensión, las propiedades de la celulosa microfibrilada de la suspensión y la presión de cada etapa de deshidratación.

Puede ser preferible utilizar un cable con una permeabilidad al aire de aproximadamente 9,91 m³/min (350 CFM, pies cúbicos por minuto) y tiene una permeabilidad al agua de 326 mm/s @ 2 kPa. Sin embargo, también se pueden usar otros valores de los cables, dependiendo de las propiedades de la celulosa microfibrilada que se está deshidratando.

El contenido seco de la suspensión que comprende celulosa microfibrilada antes de que la suspensión se someta a la primera presión mecánica es preferiblemente de aproximadamente 0,1 a 10 % en peso. La suspensión se puede deshidratar de cualquier forma conocida, por ejemplo, mediante el uso de una mesa densimétrica, antes de someter la suspensión a la deshidratación de acuerdo con la invención. Es importante que el contenido seco de la suspensión no sea demasiado bajo, ya que debe mantenerse entre los cables. Debe ser posible comprimir la suspensión para que se mantenga entre los cables y no fluya hacia afuera por los lados o a través del cable. El contenido seco de la suspensión acuosa deshidratada que comprende celulosa microfibrilada es preferiblemente de aproximadamente 1 a 50 % en peso. A pesar de que el contenido seco aumenta, las propiedades de la celulosa microfibrilada después de la dilución del agua se mantienen, por ejemplo, las propiedades de hinchamiento por agua, redispersión y resistencia.

Ejemplo

Una suspensión que comprende celulosa microfibrilada y agua con una consistencia del 3,5 % en peso se sometió a un proceso de deshidratación mecánica en el que la suspensión:

- se llevó a una mesa densimétrica en la que el contenido seco se incrementó a aproximadamente 8 % en peso,
- después, la suspensión se condujo entre dos cables, es decir, entre un cable doble, y los cables se condujeron a través de un espacio con forma de cuña en el que la suspensión se sometió a una primera presión mecánica,
- después, la suspensión se condujo sobre un primer rodillo que tenía un primer diámetro de 700 mm, donde la suspensión se sometió a una segunda presión mecánica,
- después, la suspensión se condujo sobre un segundo rodillo que tenía un segundo diámetro de 500 mm, donde la suspensión se sometió a una tercera presión mecánica.

La suspensión deshidratada obtuvo un contenido seco de 31 % en peso y no se pudieron observar pérdidas no deseadas de la suspensión a través de cavidades etc., durante la deshidratación.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para deshidratar una suspensión que comprende celulosa microfibrilada únicamente sometiendo la suspensión a presiones mecánicas, en donde el proceso comprende las siguientes etapas:
- proporcionar una suspensión que comprende celulosa microfibrilada y un líquido,
 - 5 - someter la suspensión a una primera presión mecánica para deshidratar la suspensión,
 - someter la suspensión a una segunda presión mecánica, segunda presión la cual es mayor que la primera presión y en donde
 - la suspensión se conduce entre dos cables antes de que la suspensión se someta a la primera presión mecánica.
- 10 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el proceso comprende además la etapa de someter la suspensión a una tercera presión mecánica, tercera presión la cual es mayor que la segunda presión.
3. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado por que la suspensión se somete a la primera, segunda y/o tercera presión mecánica conduciendo la suspensión a través de un espacio con forma de cuña.
- 15 4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la suspensión se somete a la primera, segunda y/o tercera presión conduciendo la suspensión sobre un rodillo que tiene un primer diámetro de rodillo.
5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado por que la suspensión se somete a la segunda y/o tercera presión mecánica conduciendo la suspensión sobre un rodillo que tiene un segundo diámetro de rodillo, siendo dicho segundo diámetro de rodillo menor que el primer diámetro de rodillo.
- 20 6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado por que la suspensión se conduce sobre más de un rodillo que tiene un segundo diámetro de rodillo.
7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el contenido seco de la suspensión que comprende celulosa microfibrilada antes de la deshidratación es aproximadamente 0,1 a 10 % en peso.
- 25 8. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el contenido seco de la suspensión deshidratada que comprende celulosa microfibrilada es de aproximadamente 1 a 50 % en peso.