

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 718 249**

51 Int. Cl.:

D21G 9/00 (2006.01)

D21H 23/78 (2006.01)

D21C 9/08 (2006.01)

D21C 5/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.11.2008 PCT/US2008/013192**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.06.2009 WO09073145**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.11.2008 E 08856352 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.01.2019 EP 2220294**

54 Título: **Método y aparato para medir la deposición de contaminantes en partículas en suspensiones de pasta y papel**

30 Prioridad:
30.11.2007 US 4997

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
28.06.2019

73 Titular/es:
SOLENIS TECHNOLOGIES CAYMAN, L.P.
(100.0%)
Mühlentalstrasse 38
8200 Schaffhausen, CH

72 Inventor/es:
LAURINT, MARK;
LOBO, LLOYD y
KELLY, CATHERINE, L.

74 Agente/Representante:
ELZABURU, S.L.P

ES 2 718 249 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

Método y aparato para medir la deposición de contaminantes en partículas en suspensiones de pasta y papel

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un método para medir la aptitud de deposición de contaminantes en partículas presentes en la corriente de un fluido de una fábrica de pasta o papel y ayuda además a evaluar interacciones de contaminantes en partículas con otros contaminantes que puedan estar presentes en la corriente del fluido de la fábrica de pasta o papel. En el método se recogen contaminantes sobre un sustrato adecuado y se cuantifica la cantidad de contaminantes recogidos analizando el sustrato mediante una técnica de análisis de imágenes con una resolución de por lo menos 787 puntos por centímetro (2.000 DPI, del inglés “dot per inch”). El método también es adecuado para 10 determinar la eficacia de tratamientos de inhibición de la deposición en una corriente de un fluido de una fábrica de pasta o papel o en un líquido o suspensión que simula una corriente de un fluido de una fábrica de pasta o papel. La presente invención se refiere también a aparatos para recoger contaminantes en partículas sobre el sustrato.

Antecedentes de la invención

15 Es bien sabido que la deposición de contaminantes orgánicos (por ejemplo, resina y grumos de resina) sobre superficies de equipos en el proceso de fabricación de papel es perjudicial tanto para la calidad como para la eficiencia del proceso de fabricación de papel. Dos manifestaciones específicas de este problema se denominan resina (principalmente resinas naturales) y grumos de resina (adhesivos o recubrimientos procedentes de papel reciclado). La resina y grumos de resina tienen el potencial de originar problemas con deposición, calidad y eficiencia en el proceso de fabricación de papel.

20 En la presente memoria, el término “resina” se refiere a depósitos compuestos de constituyentes orgánicos que se pueden originar de resinas naturales de la madera y sus sales, así como de aglutinantes de recubrimiento, agentes de encolado y productos químicos antiespumantes que se pueden encontrar en la pasta. Además, la resina contiene frecuentemente componentes inorgánicos, como carbonato cálcico, talco, caolines, titanio y materiales relacionados.

25 “Grumos de resina” es un término que cada vez se está usando más para describir depósitos que se producen en sistemas que usan fibras recicladas. Estos depósitos contienen frecuentemente los mismos materiales que se encuentran en la “resina” y también pueden contener adhesivos, materiales fundidos en cliente, ceras y tintas.

30 Cuando se depositan sobre superficies de equipos de fabricación de papel contaminantes orgánicos, como resina y grumos de resina, pueden afectar o reducir la calidad y eficiencia operativa de una fábrica de pasta o papel. Se pueden depositar contaminantes orgánicos sobre equipos de sistemas de fabricación de papel, originándose dificultades operativas en los sistemas. Cuando se depositan contaminantes orgánicos sobre reguladores de la consistencia y otras sondas de instrumentos, estos componentes pueden llegar a ser poco fiables o inservibles. Los depósitos sobre tamices pueden reducir la producción y funcionamiento correcto del sistema. Esta deposición se puede producir no sólo sobre superficies metálicas del sistema, sino también sobre superficies sintéticas o de plástico, como telas metálicas de máquinas, fieltros, láminas desgotadoras, cajas Uhle y componentes de la caja de alimentación de la 35 máquina de fabricación de papel.

40 Históricamente, los subconjuntos de los problemas de depósitos orgánicos, “resina” y “grumos de resina”, se han manifestado por separado y de manera diferente. Desde un punto de vista físico, los depósitos de “resina” se han formado usualmente de partículas microscópicas de material adhesivo (natural o artificial) presente en la suspensión de pasta y que se acumulan sobre equipos de fabricación de pasta y papel. Estos depósitos se pueden encontrar fácilmente sobre paredes de tinas de pasta, láminas desgotadoras, cajas Uhle, telas de la máquina de fabricación de papel, fieltros de prensas húmedas, fieltros de secadores, cilindros secadores y lisas de calandrias. Las dificultades relacionadas con estos depósitos incluyen interferencia directa con la eficiencia de la superficie contaminada, que origina pérdida de producción así como orificios, suciedad y otros defectos de la hoja continua de papel que reducen la calidad y utilidad del papel para operaciones posteriores, como recubrimiento, transformación o impresión.

45 Desde un punto de vista físico, los “grumos de resina” son usualmente partículas de tamaño visible o casi visible presentes en la suspensión de pasta y que se originan de fibras recicladas. Estos depósitos tienden a acumularse sobre muchas de las mismas superficies sobre las que se puede encontrar “resina” y originan muchas de las mismas dificultades que la resina. Sin embargo, los depósitos relacionados más graves de “grumos de resina” tienden a encontrarse sobre telas metálicas de la máquina de fabricación de papel, fieltros húmedos, fieltros de secadores y 50 cilindros secadores.

55 Son de gran importancia en la industria métodos de evitar la acumulación de depósitos sobre equipos de fabricación de pasta y papel. Las máquinas de fabricación de papel pueden pararse para limpiarlas, pero no es deseable este cese de funcionamiento para la limpieza debido a la consiguiente pérdida de productividad. Los depósitos también pueden producir mala calidad del producto, que se produce cuando los depósitos se rompen e incorporan en la hoja continua de papel. Por lo tanto, es muy preferido evitar la deposición cuando se pueda realizar eficazmente.

En el pasado, los depósitos de resina y grumos de resina se han manifestado típicamente en diferentes sistemas. Esto es cierto porque las fábricas utilizan usualmente sólo fibras vírgenes o sólo fibras recicladas u no mezclan estas suspensiones de pasta. Para controlar estos distintos problemas, frecuentemente se han usado diferentes estrategias y productos químicos.

5 Las tendencias actuales son incrementar en todos los sistemas de fabricación de papel el uso obligatorio de fibras recicladas. Esto origina una presencia conjunta de resina y grumos de resina en una fábrica dada. Además, cuando se incrementa el reciclado de fibras, la tendencia hacia "grumos de resina micrométricos", definidos como grumos de resina que tienen un diámetro menor que 150 µm, es un tema creciente. Los grumos de resina micrométricos, debido a su pequeño tamaño y gran superficie específica, presentan una mayor tendencia a depositarse y/o aglomerarse.

10 Para fijar el mejor medio de tratar o evitar dichos problemas, es deseable tener un método que pueda predecir la probabilidad de deposición de contaminantes en partículas y que pueda cuantificar sus efectos así como los efectos de los diversos tratamientos potenciales que se puedan implementar.

15 Para determinar el contenido de contaminantes en una pasta se han usado métodos que miden la deposición de contaminantes orgánicos sobre un sustrato específico mediante análisis gravimétrico. La patente de los Estados Unidos número 6.090.905 describe un método en donde para estimar el contenido de grumos de resina depositados se utiliza el diferencial de peso de espuma de embalaje, colocada en deflectores de acero inoxidable, antes y después de exponerlos a una suspensión de pasta. La patente europea número EP 0 922 475 A1 describe un dispositivo que acumula depósitos bajo un campo de cizallamiento producido por un disco rotativo.

20 Una variante a los métodos gravimétricos para cuantificar la deposición es el uso de sensores que responden al peso del depósito. La patente de los Estados Unidos número 5.646.338 describe un aparato que relaciona la cantidad de deflexión lateral alrededor de un pivote de una sonda en voladizo para la formación del depósito sobre la porción de proyección de la citada sonda. La publicación de la solicitud de patente de los Estados Unidos número 2006/0281191 A1 describe el uso de una macrobalanza de cristal de cuarzo cuya frecuencia y amplitud de vibración es afectada por la formación de depósitos sobre la cara expuesta del cristal.

25 Un inconveniente de los métodos gravimétricos de medir la cantidad de deposición es que la medición real tiene una alta probabilidad de variabilidad debido al pequeño peso de depósito sobre el sustrato. Los métodos gravimétricos también cuantifican típicamente la cantidad total de contaminante que puede no corresponder a la cantidad depositada. Los sensores también pueden ser problemáticos cuando se introduzcan en medios de alto cizallamiento o cuando haya vibraciones mecánicas en el fluido. En consecuencia, estos métodos pueden no ser capaces de caracterizar la eficacia de un programa de tratamiento de la deposición.

30 En Villforth et al., "Neue Methods für die Bestimmung von Stickies in Faserstoffsuspensionen – New method for measuring stickies in fibre suspensions" International Paperworld IPW n° 10, 2007, ISSN 1.615-1.720, y en J. Dyer, "A Summary of Stickies Quantification Methods", *Progress in Paper Recycling*, pág. 44-51 (Agosto de 1997). se describen métodos para cuantificar específicamente grumos de resina en pasta. Estos métodos incluyen técnicas de análisis de imágenes, como las empleadas con el dispositivo de cribado a baja consistencia PulmacScreen (Pulmac International, Montpelier, VT, Estados Unidos) diseñado para separar mecánicamente fibras de contaminantes, incluidos grumos de resina y haces de fibras. R. Blanco et al., "New System to Predict Deposits due a DCM Destabilization in Paper Mills", *Pulp & Paper Canada*, 101(9), pág. 40-43 (2000), describe una variante del equipo descrito en la patente europea n° EP 0 922 475 A1 que emplea técnicas de análisis de imágenes. K. Cathie et al., "Understanding the Fundamental Factors Influencing Stickies Formation and Deposition", *Pulp & Paper Canada*, 93(12) (1992), pág. 157-160, describe un método en donde se cuantifica mediante análisis de imágenes la deposición de grumos de resina sobre telas metálicas de formación. También los documentos WO 2006/113896, US 2005/039873 y US-A-5952394 describen un método para medir la aptitud de deposición de gramos de resina.

45 Algunas técnicas de análisis de imágenes no distinguen entre diferentes tipos de contaminantes para cuantificar los que originan específicamente deposición. Sin embargo, típicamente no son capaces de cuantificar grumos de resina micrométricos. Se continúa buscando métodos y aparatos mejorados para recoger contaminantes en partículas, diagnosticar la formación de resina y grumos de resina y evaluar la eficacia de tratamientos de prevención.

Resumen de la invención

50 En un aspecto, un método para medir la aptitud de deposición de contaminantes en partículas presentes en una corriente de un fluido de una fábrica de pasta y papel incluye recoger contaminantes sobre un sustrato y cuantificar después la cantidad de contaminantes recogidos analizando el sustrato mediante una técnica de análisis de imágenes con una resolución de por lo menos 787 puntos por centímetro (2.000 DPI).

55 En un segundo aspecto, un método para evaluar la eficacia de tratamientos de inhibición de la deposición en fábricas de pasta o papel incluye recoger sobre un sustrato contaminantes presentes en una corriente de un fluido de una fábrica de pasta o papel y cuantificar después la cantidad de contaminantes recogidos analizando el sustrato mediante

una técnica de análisis de imágenes con una resolución de por lo menos 787 puntos por centímetro (2.000 DPI), como se ha indicado en el primer aspecto. En el segundo aspecto del método, se implementa un programa de inhibición de la deposición, seguido de una nueva medición de la cantidad de contaminantes presentes en la corriente del fluido de la fábrica de pasta o papel que se recoge sobre un sustrato añadido a la corriente del fluido de la fábrica de pasta o papel después de haberse iniciado el tratamiento de inhibición de la deposición. También se puede evaluar la eficacia de un tratamiento de inhibición de la deposición en una fábrica de pasta o papel cuantificando la cantidad de contaminantes presentes en un líquido o fluido que simula una corriente de un fluido de la fábrica de pasta o papel recogiendo sobre un sustrato contaminantes en partículas y analizando después imágenes escaneadas del sustrato mediante una técnica de análisis de imágenes con una resolución de por lo menos 787 puntos por centímetro (2.000 DPI). En respuesta a los resultados del análisis de imágenes, se puede implementar un programa de inhibición de la deposición en el líquido o suspensión de la simulación y se puede medir de nuevo la contaminación en partículas después de insertar un segundo sustrato para recoger contaminantes en partículas para comparar el resultado (después del tratamiento de inhibición de la deposición) con el primer resultado (antes del tratamiento de inhibición de la deposición).

En un tercer aspecto, un aparato para la recogida en línea de contaminación en partículas incluye una cámara de toma de muestras, con una entrada y una salida, al que se dirige una porción de una corriente de un fluido o suspensión que contiene pasta o agua del proceso. Se introduce en la cámara de toma de muestras una hoja continua de sustrato y se recoge sobre por lo menos una superficie de la hoja continua contaminación en partículas. Un motor u otro dispositivo de accionamiento controla la velocidad de desplazamiento de la hoja continua de sustrato a través de la cámara de toma de muestras de modo que la hoja continua de sustrato permanece en contacto con el fluido o suspensión que contiene pasta o con agua del proceso durante por lo menos aproximadamente cinco minutos. Un dispositivo de lavado lava la superficie sobre la que se ha recogido contaminación en partículas y un dispositivo de secado seca la superficie lavada. Un sistema de formación de imágenes digitales escanea o fotografía la superficie seca. El sistema de formación de imágenes cuantifica la cantidad de contaminantes recogidos analizando el sustrato mediante una técnica de análisis de imágenes con una resolución de por lo menos 787 puntos por centímetro (2.000 DPI).

Breve descripción de los dibujos

Otros objetivos, características ventajosas y aplicaciones posibles de la presente invención se detallan en la siguiente descripción de las realizaciones con referencia a los siguientes dibujos.

Figura 1: Diagrama esquemático de un ejemplo de dispositivo de monitorización continua en línea para realizar el método de la presente invención.

Figura 2: Gráfica de tamaño de partículas de contaminante en función de la fracción de superficie total en una suspensión de pasta.

Figura 3: Comparación del porcentaje de superficie ocupada por depósitos con imágenes obtenidas con un escáner a una resolución de 1.575 puntos por centímetro (4.000 DPI) y un microscopio con un aumento de 65X.

Figura 4: Comparación del porcentaje de superficie ocupada por depósitos con contaminación en partículas de sustratos para diferentes concentraciones de pasta antes y después de añadir el tratamiento de inhibición de la deposición.

Figura 5: Diagrama esquemático de un dispositivo alternativo de monitorización en línea para realizar el método de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

Una realización de un método para medir la aptitud de deposición de contaminantes en partículas en fábricas de pasta y papel comprende tres etapas: (1) insertar uno o más sustratos adecuados en una corriente de un fluido de interés (como una suspensión de pasta para fabricación de papel) sobre la que se pueda depositar el contaminante en partículas, (2) captar una o más imágenes de las partículas depositadas a una resolución de por lo menos 787 puntos por centímetro (2.000 DPI) y (3) contar y determinar el tamaño de las partículas depositadas. Opcionalmente, el sustrato sobre el que se ha depositado el contaminante en partículas se lava y seca antes de captar la(s) imagen(es).

Los sustratos adecuados sobre los que se puede recoger el depósito incluyen, pero sin carácter limitativo, metales representativos de superficies de máquinas, superficies de cualquier material impermeable (generalmente líquido) recubiertos con componentes de contaminantes orgánicos procedentes de fibras recicladas, y superficies de cualquier material impermeable (generalmente líquido) recubiertos con componentes de contaminantes orgánicos procedentes de fibras vírgenes. Los dos tipos últimos de superficies de sustratos simulan el del desarrollo de un depósito ya formado en presencia de contaminantes en partículas. Ejemplos de sustratos adecuados de plástico o película de plástico incluyen, pero sin carácter limitativo, polipropileno, polietileno, poli(cloruro de vinilo), poli(cloruro de vinilideno o poliésteres, como PEN o PET. Las preferidas son películas de transparentes de plástico que permitan el paso de luz

visible. Estos sustratos de películas de plástico son generalmente impermeables a líquidos y pueden llevar un recubrimiento superior.

Ejemplos adecuados de sustratos metálicos incluyen, pero sin carácter limitativo, acero inoxidable y acero al carbono. Estos sustratos metálicos son generalmente impermeables a líquidos y pueden llevar un recubrimiento superior.

5 En otro aspecto de la presente invención, el sustrato adecuado puede comprender una capa o película de composición igual o similar que el componente en partículas u otros depósitos orgánicos. Por ejemplo, un sustrato adecuado es un sustrato transparente de plástico, recubierto con un adhesivo insoluble en agua, como la cinta adhesiva transparente marca Scotch[®], fabricada por 3M (St. Paul, MN, Estados Unidos). Se puede usar un material contaminante o una mezcla de materiales contaminantes para formar una película, preferiblemente como recubrimiento sobre una o más superficies de un sustrato transparente, disolviendo el citado material o materiales contaminantes en un disolvente volátil apropiado y aplicando uniformemente la solución al sustrato y evaporando posteriormente el disolvente. Los citados contaminantes pueden incluir, pero sin carácter limitativo, resina de la madera, triglicéridos, ácidos grasos, esteroides, ácidos terpenoicos, látices y otros materiales intrínsecos de la madera usados para la fabricación de papel. También se incluyen como materiales contaminantes que se pueden usar en la preparación de sustratos otros materiales procedentes de corrientes recicladas, como rotos de fabricación recubiertos, adhesivos, tintas, etc.

Además de materiales contaminantes, se pueden aplicar al sustrato otros materiales de interés en forma de película. Estos pueden incluir materiales pasivantes o productos químicos añadidos como tratamiento a la corriente de pasta para mejorar la calidad del producto.

20 Para aplicar sobre el sustrato una película de material se pueden usar diferentes métodos. Si el material tiene una viscosidad baja, se puede aplicar el material con un cepillo o una cuchilla. Los fluidos de viscosidad alta, pastas y sólidos se pueden disolver o dispersar en un disolvente volátil y aplicar después al sustrato.

La aptitud de un contaminante en partículas presente en la corriente de un fluido de una fábrica de pasta o papel de adherirse a una película de contaminante recubierto es una indicación de: (a) la interacción de atracción entre estos contaminantes y (b) la aptitud para iniciar la deposición y desarrollo del depósito.

25 Una variante del recubrimiento del sustrato en el método de la presente invención es recoger sobre un sustrato un depósito procedente de una corriente de un fluido de una fábrica de pasta o papel. Después de caracterizar el depósito procedente de esta primera corriente mediante un análisis de imágenes, el sustrato "sucio" recubierto se introduce en una segunda corriente de un fluido de la fábrica de pasta o papel que puede tener un conjunto diferente de contaminantes. Esto va seguido de un segundo análisis de imágenes. La deposición que se produce sobre el sustrato sucio en la segunda corriente de fluido de la fábrica de pasta o papel es una medida de la interacción entre contaminantes en la primera y segunda corrientes de pasta.

30 Para monitorizarlos en línea o fuera de línea, los sustratos se pueden usar tal cual o montados sobre un soporte para facilitar su introducción a la corriente de fluido de la fábrica de pasta o papel. Con fines de escaneo es útil montar los sustratos en un portador de muestras de 35 mm. Se puede hacer la deposición insertando el sustrato en línea en una corriente de fluido de la fábrica de pasta o papel o retirando una porción de la suspensión de pasta y haciendo funcionar un sistema de celda agitada con el sustrato en la celda. Se deja el sustrato en la corriente de fluido de la fábrica de pasta o papel durante un tiempo deseado para acumular depósito. La corriente de pasta de interés puede ser de cualquier consistencia que sea de interés práctico en la fábrica. También se puede realizar en la corriente de aguas blancas o en otras corrientes de interés que puedan contener depósitos en partículas. En algunos casos puede ser necesario o deseable extraer de la corriente de fluido de la fábrica de pasta o papel una corriente secundaria en el proceso de fabricación de papel y diluirla apropiadamente.

35 Son posibles diferentes métodos con los que recoger el depósito sobre el sustrato. En una realización fuera de línea de recogida del depósito, se recoge una muestra de pasta que se cree contiene contaminantes de interés y se coloca en un recipiente. Se suspenden los sustratos en el recipiente, agitando a fondo la pasta durante el tiempo de la deposición. Se puede diluir apropiadamente la pasta para facilitar la etapa de agitación. Se puede usar este método en el caso de pastas y contaminantes simulados.

40 Una realización en línea de la medición de la deposición se realiza poniendo en contacto el sustrato con una corriente de pasta en circulación. Un método preferido de realizar esto es desviando una cantidad pequeña de una corriente de pasta en circulación y usando una lumbrera y válvula de toma de muestras. La corriente desviada de pasta puede contactar con el sustrato anclándola en un dispositivo de flujo, como una tubería. Se deja que la pasta contacte y circule, pasado el sustrato, a un caudal apropiado tal que simule el caudal en el proceso de fabricación de papel, durante el tiempo deseado para recoger depósito de partículas contaminantes.

45 Con cualquiera de los métodos preferidos de recoger el depósito de partículas contaminantes, el tiempo de deposición puede variar entre unos pocos segundos y varias horas. Sin embargo, se ha encontrado que para reducir la variabilidad de la medición el tiempo de deposición debe ser por lo menos cinco minutos.

Después de haberse completado la deposición. Se retira el sustrato y se lava a fondo para eliminar del sustrato material no adherido. Se seca el sustrato y se somete después a captación y análisis de imágenes.

También se pueden usar los métodos de medición y análisis antes citados para crear un dispositivo de monitorización continua y automatizada en línea **10** como el ilustrado en la figura 1. Con referencia a la figura 1, el dispositivo **10** incluye una cámara de toma de muestras **12** con una entrada **14** y una salida **16**. La entrada **14** puede incluir un control del flujo de una muestra secundaria (no ilustrado en la figura 1) para permitir que la cantidad requerida de pasta representada por las flechas **40** fluya continuamente a la cámara de toma de muestras **12**. El sustrato **20** es una hoja continua de papel sobre la que preferiblemente hay un recubrimiento adhesivo. En la figura 1 se muestra una cara **22** recubierta de adhesivo. El sustrato u hoja continua de papel **20** se aporta desde una bobina o rodillo de alimentación **18** a la cámara de toma de muestras **12**. Una serie de rodillos o poleas **24** permite roscar a una bobina o rodillo **32** el sustrato **20** en y fuera de la cámara de toma de muestras **12**. El rodillo de recogida **32** es accionado por un motor de velocidad variable **34** que controla la velocidad de desplazamiento del sustrato **10** en la cámara de toma de muestras **12**. La velocidad del motor **34** es directamente proporcional al tiempo de residencia o tiempo de deposición durante el que el sustrato **10** está en contacto en la cámara de toma de muestras **12** con la corriente de pasta de muestra. Tras salir de la cámara de toma de muestras **12**, preferiblemente el sustrato **10** se lava con agua procedente de un chorro o boquilla de agua **26** y después se seca con aire procedente de una boquilla de aire **28**. Después se toman imágenes del sustrato seco o se fotografía con una cámara digital o un escáner **30** equipado una macrolente apropiada. La imagen se transmite a un sistema de adquisición de datos (no ilustrada en la figura 1) en donde se usa un programa de análisis de imágenes para medir parámetros de la deposición, como los descritos en los ejemplos.

Se use en línea o fuera de línea el método de deposición de contaminación en partículas, se capta una imagen del sustrato sobre el que se ha formado el depósito. El método ideal de captación de imágenes depende de la naturaleza del sustrato. En el caso de soportes no transparentes (por ejemplo, metales y láminas metálicas), se puede usar una cámara para captar la imagen, directamente o mediante un microscopio de luz reflejada. Si la imagen de la cámara no es digital, preferiblemente se digitaliza la imagen usando un escáner. En el caso de sustratos transparentes (por ejemplo, películas o cintas transparentes de plástico), un método preferido es un escáner de película/transparencia que tenga una resolución de por lo menos 787 puntos por centímetro (2.000 DPI), aunque también se pueden usar otros tipos de escáneres de alta resolución. 787 puntos por centímetro (2.000 DPI) corresponden a un tamaño de píxeles de 12,7 μm . Para tener una resolución razonable de un tamaño de las partículas, su imagen debe comprender por lo menos cuatro píxeles, que equivale a un tamaño de 25 μm x 25 μm . Una resolución menor que 787 puntos por centímetro (2.000 DPI) podría incrementar el tamaño mínimo de grumos de resina resueltos. Y se podría perder información sobre grumos de resina más pequeños. Una resolución menor podría no distinguir la característica de contaminantes en partículas más pequeñas de "grumos de resina microscópicos". Para captar partículas de menor tamaño, se pueden captar imágenes con un microscopio, en cuyo caso pueden ser necesarias varias imágenes para representar la totalidad del sustrato. En algunos casos no se pueden distinguir ópticamente las partículas y se puede aumentar su aptitud de detección usando un escáner apropiado.

Una vez captada la imagen o serie de imágenes, se puede caracterizar el tamaño y número de partículas por diferentes métodos. Un método es contarlas manualmente pero el recuento manual es muy tedioso.

En el mercado hay disponibles varios paquetes de software de procesamiento de imágenes que pueden identificar partículas en un campo óptico plano. Un programa de software de análisis de imágenes es Veruty IA (Veruty IA LLC, Oshkosh, WI, Estados Unidos). Otro es Image-Pro (Media Cybernetics, Bethesda, MD, Estados Unidos). Identificando píxeles que son de intensidad diferente que la mayoría de los píxeles y agrupando después píxeles adyacentes de la intensidad diferente, el software puede definir el contorno de una partícula. Una vez definidos los contornos de partículas individuales, el software puede contar y determinar el tamaño de cada partícula. Por lo tanto, se puede llegar al número total de partículas depositadas sobre el sustrato, así como a la distribución de tamaños de las partículas depositadas. Además, en el software de procesamiento de imágenes se pueden emplear filtros de tamaño y forma para ignorar partículas que sean muy grandes o que tengan una relación dimensional alta, como se suponga que pueda haber fibras de celulosa en la corriente de pasta. Como materia de comparación entre muestras buenas y malas, se pueden definir diferentes parámetros para captar la cantidad y calidad del depósito. Un parámetro es el número de de partículas depositadas. Debido a la probabilidad de que se depositen partículas aglomeradas, otro parámetro útil es la fracción de la superficie que las partículas recubren al sustrato. Sin embargo, se puede usar cualquier propiedad geométrica que cuantifique el depósito.

Para conseguir una deposición que sea representativa estadísticamente de la deposición sobre todo el sustrato. Se puede dividir la imagen en más de una superficie de interés ("AOI" del inglés area of interest). Se puede realizar el recuento de partículas en cada superficie y desechar superficies que tengan recuentos anormalmente altos o anormalmente bajos. Se pueden obtener después el recuento medio en las superficies restantes. Adicionalmente, se puede colocar al mismo tiempo en la corriente de fluido de la fábrica de pasta o papel una serie de dispositivos de recogida de sustrato para cuantificar estadísticamente la cantidad de contaminantes en partículas depositados.

A continuación se describirá la presente invención con más detalle con referencia a un número de ejemplos específicos que se deben considerar sólo como ilustrativos y no limitativos del alcance de la presente invención.

Ejemplos

Ejemplo 1

5 Se diluyeron a una consistencia del 0,5%, a 200 rpm, un papel de oficinas recuperado y clasificado (SOW, del inglés sorted office waste), procedente de una fábrica de pasta reciclada, con un nivel extraíble por diclorometano (DCM) de 7 g/kg, y una pasta kraft blanqueada de frondosas sin DCM detectable. Se añadió calcio en forma de cloruro cálcico. Se mezclaron después las dos suspensiones en diversas proporciones (véase la tabla 1) y se añadieron a un base provisto de un agitador magnético y un calentador. Se calentaron después a 50°C las dos suspensiones agitando. Se colgaron después en la suspensión como sustrato durante un tiempo de una hora dos soportes de diapositivas fotográficas de 35 mm a los se habían montado cinta adhesiva 175-O de 3M (3M, St. Paul, MN, Estados Unidos). Las diapositivas estaban montadas de tal manera que la orientación del sustrato era paralela al flujo de la suspensión. Después de un tiempo de residencia de una hora, se sacaron de la suspensión caliente las diapositivas, se lavaron con agua fría y se secaron finalmente en una atmósfera exenta de polvo. Se escaneó después cada diapositiva utilizando un Nikon CoolScan V ED (Nikon, USA, San Diego, CA, Estados Unidos) con una resolución de 1.575 puntos por centímetro (4.000 DPI), desechando la opción de eliminación de suciedad. Las imágenes escaneadas se guardaron en un formato de jpeg.

Para contar y determinar el tamaño de las partículas se usó software de análisis de imágenes Verity IA (Verity IA, LLC., Oshkosh, WI, Estados Unidos. Se consideró que se debían contar píxeles con un valor de la intensidad (intervalos de los valores de 0 a 256) 60 unidades menores que la del fondo transparente. El software agrupó automáticamente dichos píxeles cuando eran adyacentes entre sí para definir una partícula. Se usaron dos calificadores para eliminar partículas una vez definidas: (1) se eliminaron de la colección las partículas cuya superficie era menor que 0,001 mm² o mayor que 1,2 mm² y (2) las partículas que tenían una circularidad mayor que 30 como se define por la ecuación 1 (a continuación),. Estos calificadores eliminaron la mayoría de las fibras de celulosa que habían quedado sobre los sustratos.

$$\text{Circularidad} = (\text{Circunferencia})^2 / \text{Superficie} \quad (\text{Ecuación 1})$$

De cada sustrato de 36x24 mm se seleccionaron tres áreas de interés ("AOI") y se analizaron partículas dentro de los parámetros definidos. En cada superficie se calculó el porcentaje de superficie ocupada por las partículas depositadas y se anotó el porcentaje medio de superficie entre las tres superficies de interés, junto con la desviación estándar de las tres mediciones. En la tabla 1 se resumen los resultados de este análisis.

Tabla 1

Pasta SOW en total en %	Área ocupada por depósito en %	Desviación estándar
1%	0,2048	0,0610
5%	0,4232	0,0728
10%	0,5722	0,0577
25%	1,1300	0,1329
50%	1,1962	0,1101
75%	1,7862	0,2383
100%	2,3365	0,0266

Las mediciones muestran que incrementando la suspensión de pasta de papel de oficina recuperado clasificado (esto es, incrementando el contenido de grumos de resina) en la suspensión de pasta de papel de oficina recuperado clasificado/pasta kraft, también se incrementó el porcentaje calculado de superficie ocupada por depósito.

Ejemplo 2

Los datos de al 75% SOW/25% pasta Kraft blanqueada del ejemplo 1 se analizaron para ver su distribución del tamaño de partícula. En la figura 2 se presenta una gráfica de la distribución de frecuencias de las partículas depositadas en función del tamaño de las partículas. En este ejemplo, se puede ver que una mayoría de la superficie del depósito se debe a grumos de resina microscópicos y se detectaron partículas tan pequeñas como de 20 µm.

Ejemplo 3

Se repitió el ejemplo 1 con 100% de pasta SOW bajo cuatro condiciones diferentes variando la temperatura y el tiempo de deposición como se indica en la tabla 2 (a continuación). Se generaron imágenes con el escáner Nikon CoolScan V ED indicado en el ejemplo 1 y con un microscopio de luz transmitida con un aumento de 65X. En el caso del microscopio de luz transmitida, se obtuvieron dieciséis imágenes por diapositiva. Se analizaron las imágenes de todas las diapositivas usando el software Verity IA y se calculó la media de los resultados de cada conjunto de datos. En la

figura 3 se presenta un resumen de este análisis. Las imágenes obtenidas con el microscopio detectaron un número mayor de partículas depositadas de tamaño muy pequeño que no fueron detectadas por el escáner. Como, para un conjunto dado, los valores absolutos de las imágenes obtenidas con el microscopio son mayores que las obtenidas con el CoolScan ED, de Nikon, las tendencias generales entre diversas diapositivas son consistentes. Esto demuestra también que los contaminantes en partículas en esta suspensión de pasta consisten en una cantidad significativa de grumos de resina microscópicas.

Tabla 2

Diapositiva nº	Tiempo en minutos	Temperatura en °C
1	10	50
2	30	50
3	60	50
4	60	65

Ejemplo 4

Se mezcló la pasta SOW reciclada con la pasta kraft blanqueada de frondosas para obtener cuatro pastas con contenidos diferentes de papel reciclado (10%, 25%, 50% y 100%). Se diluyó cada una de estas pastas a una consistencia del 0,5% y se realizó en ellas el ensayo de deposición descrito en el ejemplo 1. En cada una de estas pastas se realizaron cuatro ensayos distintos, conteniendo cada ensayo dosis diferentes de un producto químico de tratamiento. El producto químico de tratamiento usado en este experimento fue poli(alcohol vinílico) hidrolizado un 88% y las dosis usadas fueron 0,2 ppm 5 ppm y 10 ppm, referidas a la pasta total. La generación de imágenes y el análisis de datos se realizaron como se ha descrito en el ejemplo 1. Se calculó el porcentaje de la superficie depositada sobre cada uno de los sustratos y en la figura 4 se presentan los datos.

Con referencia a la figura 4, se observó que (i) cuando se incrementó el nivel de tratamiento disminuyó la deposición de contaminantes en partículas y (ii) cuando el contenido de pasta de papel reciclado en la suspensión de pasta fue menor, para reducir la deposición de partículas se necesitaron dosis menores de producto químico de tratamiento.

Ejemplo 5

Se diluyó en acetona, diversos niveles, una composición de resina sintética que comprendía 20% en peso de Pamak TP (Eastman Chemical Company, Kingsport, TN, Estados Unidos), 30% en peso de Sylvatol 40 (Arizona Chemical, Jacksonville, FL, Estados Unidos) y 50% en peso de ácido abiético (Aldrich Chemical Company, Milwaukee, WI, Estados Unidos) (véase la tabla 3). Se sumergió después en las soluciones un sustrato de polipropileno montado a un portador de diapositivas de 35 mm y se dejaron secar al aire. Se cuantificó por absorbancia de radiaciones ultravioletas a 210 nm la cantidad de resina depositada sobre las diapositivas. Se utilizaron después las diapositivas como sustratos de acuerdo con el ejemplo 1 con 100% de pasta SOW.

Tabla 3

Concentración de la solución de resina	Absorbancia 210 nm	Superficie ocupada por depósito en %
27,00%	>3	6,605
13,50%	3,1	4,5515
6,75%	2,8	2,7855
3,38%	1,4	1,564833
1,69%	0,7	0,568333

El sustrato de polipropileno no recubierto no origina depósitos- Se observó que cuando el recubrimiento con resina es más grueso, basado en la absorbancia a 210 nm, se incrementó el porcentaje de la superficie ocupada por depósito. Como tal, el incremento de depósitos observado en este ejemplo resulta de la interacción de los contaminantes en partículas reciclados y la resina recubierta. Este ejemplo demuestra también que se podrían cuantificar contaminantes que no están en forma de partículas, como la resina, analizando un sustrato transparente adecuado mediante técnicas de absorción de radiaciones ultravioletas.

Ejemplo 6

La figura 5 muestra un dispositivo alternativo de toma de muestras en línea **50** que se fabricó usando un tubo acrílico **52** de 30 cm (12 pulgadas). Un bastidor rectangular **54** de acero inoxidable, que puede montar con la cinta adhesiva **74** soportes de diapositivas fotográficas de 35 mm, como se ha descrito en el ejemplo 1, se atornilló en la pared del tubo **52** orientado de modo que los planos de las diapositivas soportadas por el bastidor **54** estaban en la misma dirección que la longitud del tubo **52**. Los extremos del tubo acrílico **52** de 30 cm (12 pulgadas) de longitud estaban rematados con acoplamientos reductores flexibles **56, 58** con un elemento de desconexión rápida **60, 62** conectado a un extremo de una manguera (no mostrada en la figura 5).

- 5 El extremo libre de la manguera (no mostrada en la figura 5) estaba conectado a una lumbrera de toma de muestras en la descarga de la tina de máquina de una fábrica de papel prensa reciclado. Esta tina era el último depósito de almacenamiento antes de diluir la pasta en la bomba de cabeza de máquina y de que entrara en la caja de cabeza de máquina. Se insertaron dos diapositivas de 35 mm mediante una ranura **66** formada en el tubo **52**, de modo que entraban en las ranuras o surcos de sujeción **68** formadas en el bastidor **54** de acero inoxidable. Las caras adhesivas de los sustratos estaban orientadas hacia fuera, esto es, hacia la corriente de pasta. Una cubierta **70** cerraba pivotantemente la ranura **66** y estaba acoplada en un extremo al alfiler **72**. La válvula de toma de muestras situada en la tubería de pasta se abría de modo que circulara aproximadamente 5 kg de pasta por minuto. Después de cinco minutos de circulación de pasta, se cerró la válvula y se retiraron y lavaron las diapositivas.
- 10 El procedimiento de escaneo y análisis fue similar al descrito en el ejemplo 1. Se tomaron cinco muestras y se calculó el valor medio.
- 15 Se añadieron niveles diferentes de agente de control de contaminantes (solución al 20% de proteína del suero de la leche) a la pasta destintada que circulaba a través del tubo en la descarga de la tina de pasta destintada. Se tomaron cinco muestras a cada nivel de dosis. Se calculó después la media de las mediciones de cada conjunto de cinco. En la tabla 4 se muestran los resultados de estas mediciones.

Tabla 4

Dosificación kg/tonelada (lb/tonelada)	Área de deposición en %
0 (0)	1,634
0,45 (1)	1,393
1,36 (3)	1,160
2,27 (5)	1,061

- 20 Se observa que la cantidad de depósito de contaminante en partículas se reduce cuando se incrementa la dosis de agente de control de contaminante. Por lo tanto, se podrían usar este ensayo y el dispositivo de toma de muestras en línea para validar la respuesta de ciertos productos químicos de tratamiento así como para estudiar la respuesta al tratamiento de dosificación.
- 25 Como se ve por los ejemplos anteriores, las técnicas descritas en la presente memoria pueden medir la deposición de contaminantes en partículas y ayudar a cuantificar el tamaño y distribución de tamaños de los contaminantes depositados. Como la deposición de contaminantes en partículas se puede medir en películas preparadas con contaminantes iguales o diferentes, los métodos de la presente invención permiten evaluar y medir interacciones entre contaminantes específicos y la acumulación de depósitos en partículas sobre una película de contaminante previamente depositada que esté presente en un ambiente de producción.

REIVINDICACIONES

1. Un método para evaluar la eficacia de un tratamiento de inhibición de la deposición en una fábrica de pasta o papel, que comprende las siguientes etapas:
 - a. insertar un sustrato en un fluido o suspensión que contiene pasta o agua del proceso,
 - 5 b. dejar que el sustrato contacte durante un tiempo deseado con el fluido o suspensión que contiene pasta o agua del proceso
 - c. captar una o más imágenes de partículas depositadas sobre el sustrato después de separar el sustrato del fluido o suspensión que contiene pasta o agua del proceso,
 - 10 d. analizar la una o más imágenes para contar y determinar el tamaño de las partículas depositadas sobre el sustrato,
 - e. añadir al fluido o suspensión que contiene pasta o agua del proceso un tratamiento de inhibición de la deposición,
 - f. insertar un segundo sustrato sobre el que recoger contaminantes en partículas después de haber añadido el tratamiento de inhibición de la deposición,
 - 15 g. captar una o más imágenes del segundo sustrato,
 - h. analizar la una o más imágenes para contar y determinar el tamaño de las partículas depositadas sobre el sustrato, e
 - i. comparar el resultado después del tratamiento de inhibición de la deposición con el resultado antes del tratamiento de inhibición de la deposición.
- 20 2. El método según la reivindicación 1, que comprende además lavar y secar el sustrato antes de captar la una o más imágenes.
3. El método según la reivindicación 1, en donde el sustrato se inserta en un fluido o suspensión que contiene pasta o agua del proceso que circula continuamente.
4. El método según la reivindicación 1, en donde los contaminantes en partículas comprenden tintas, látices, adhesivos, cargas orgánicas, resina y combinaciones de estos.
- 25 5. El método según la reivindicación 1, que comprende además tratar el fluido o suspensión que contiene pasta o agua del proceso por funcionalización química, incluidos ajuste del pH o fuerza iónica, colorantes, tratamiento con radiaciones ultravioletas u otras modificaciones químicas, para aumentar la detección del depósito orgánico para contar y determinar el tamaño de las partículas.
- 30 6. El método según la reivindicación 1, en donde el sustrato comprende polipropileno, polietileno, poli(cloruro de vinilo), poli(cloruro de vinilideno), poliésteres u otras películas poliméricas.
7. El método según la reivindicación 1, en donde el sustrato se recubre con un contaminante, preferiblemente un contaminante orgánico, antes de insertarlo en el fluido o suspensión que contiene pasta o agua del proceso, preferiblemente insertando primero el sustrato en un fluido o suspensión diferente que contiene pasta o agua del proceso.
- 35 8. El método según la reivindicación 1, en donde la una o más imágenes se captan usando un escáner óptico, fotografía digital o en película, o fotografía digital o en película mediante un microscopio de luz reflejada.
9. El método según la reivindicación 1, en donde el recuento y determinación del tamaño de las partículas depositadas es con software de análisis de imágenes.
- 40 10. Un aparato para recoger en línea contaminantes en partículas, que comprende:
 - a. una cámara de muestras (12) con una entrada (14) y una salida (16) a la que se puede dirigir una porción de una corriente de un fluido o suspensión que contiene pasta o agua del proceso,
 - b. una hoja continua de sustrato (20) que se puede introducir en la cámara de toma de muestras (12) y sobre por lo menos una superficie en la que se puede recoger contaminación en partículas de la hoja continua,
 - 45 c. un motor (34) u otro medio de accionamiento, configurado para controlar la velocidad de desplazamiento de la hoja continua de sustrato (20) a través de la cámara de toma de muestras (12), de modo que la hoja continua de sustrato (20) entre en la cámara de toma de muestras, permanezca en contacto con el fluido o suspensión que contiene pasta o agua del proceso durante por lo menos aproximadamente cinco minutos y salga de la cámara de toma de muestras (12),

- d. un dispositivo de lavado (26) configurado para lavar la superficie la superficie sobre la que se pueden recoger contaminantes en partículas,
 - e. un dispositivo de secado (28) configurado para secar la superficie lavada, y
 - 5 f. un sistema captar imágenes digitales (30) configurado para escanear o fotografiar la superficie seca, en donde el sistema de captación de imágenes digitales incluye software de análisis de imágenes configurado para contar y determinar el tamaño de las partículas depositadas.
11. El aparato según la reivindicación 10, en donde la hoja continua de sustrato (20) comprende polipropileno, polietileno, poli(cloruro de vinilo), poli(cloruro de vinilideno), poliésteres u otras películas poliméricas.
- 10 12. El aparato según la reivindicación 10, en donde la hoja continua de sustrato (20) se recubre con un contaminante, preferiblemente un contaminante orgánico, antes de insertarla en el fluido o suspensión que contiene pasta o agua del proceso, preferiblemente insertando primero el sustrato en un fluido o suspensión diferente que contiene pasta o agua del proceso.
- 15 13. El aparato según la reivindicación 10, en donde el sistema de captación de imágenes digitales capta una o más imágenes con una resolución de por lo menos 787 puntos por centímetro (2.000 DPI) usando un escáner óptico, fotografía digital o en película, o fotografía digital o en película mediante un microscopio de luz reflejada.

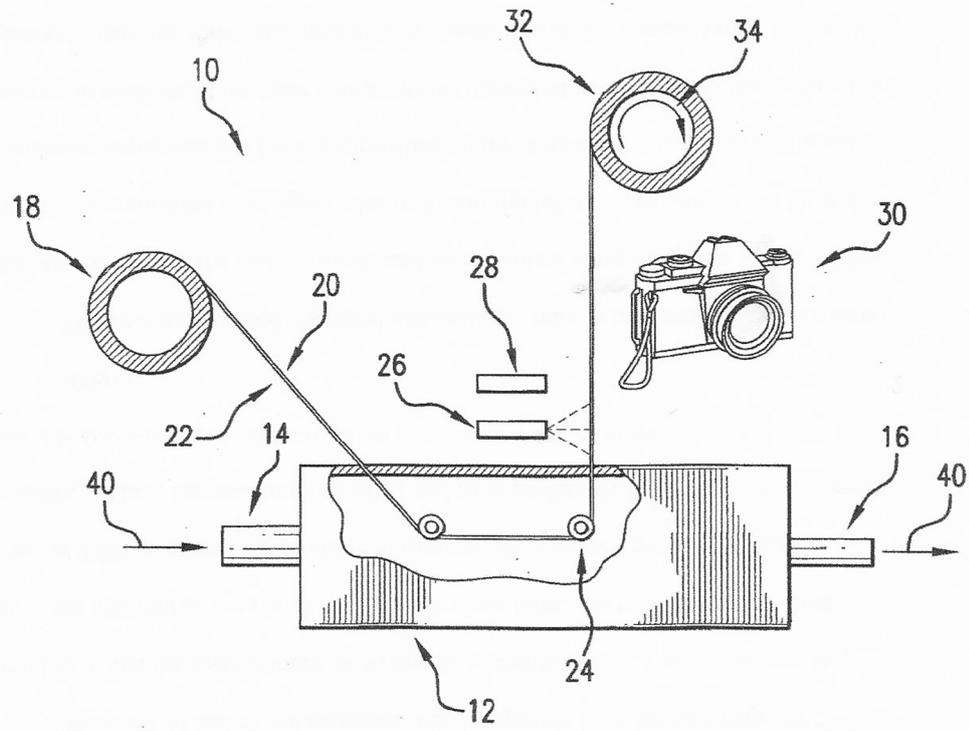


FIG. 1

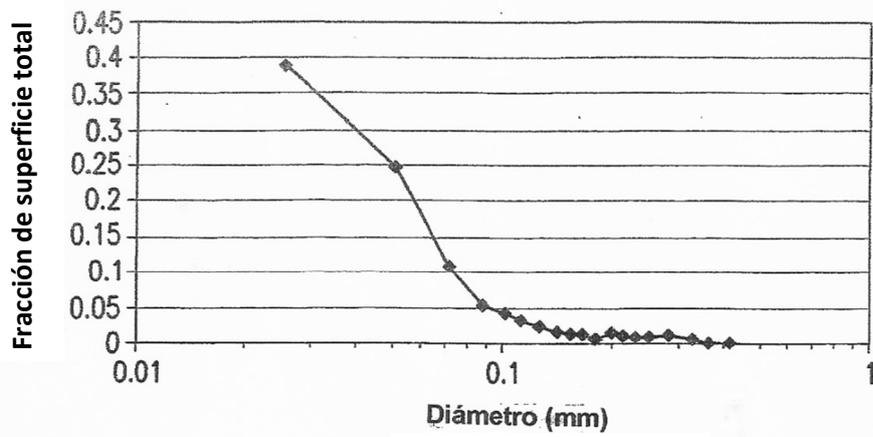


FIG. 2

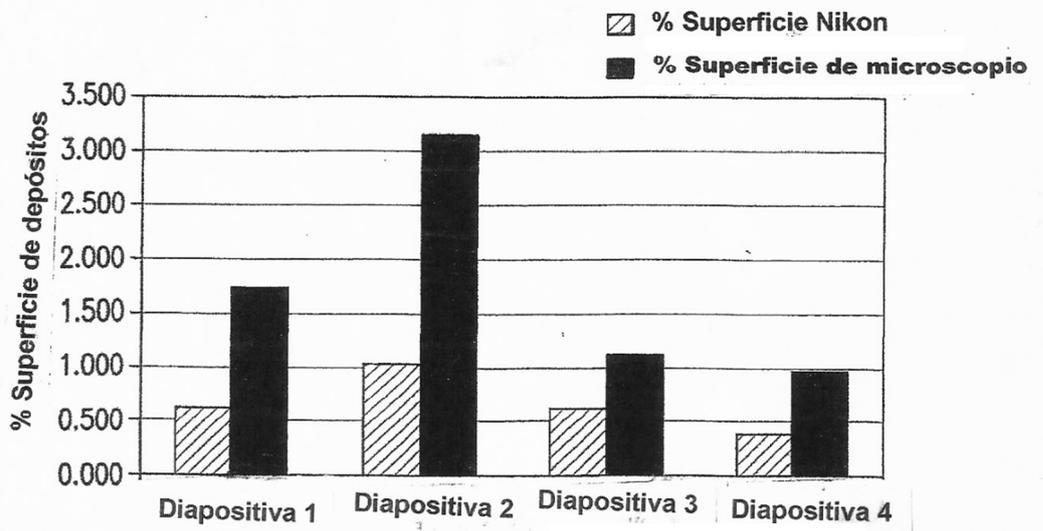


FIG. 3

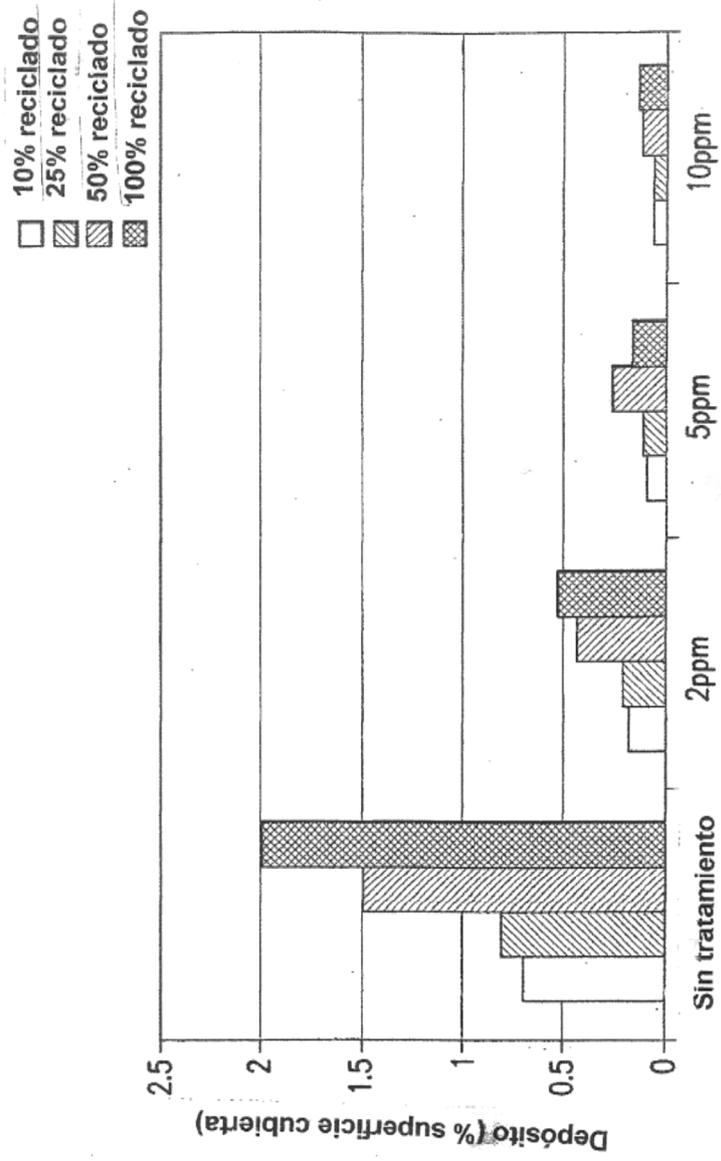


FIG.4

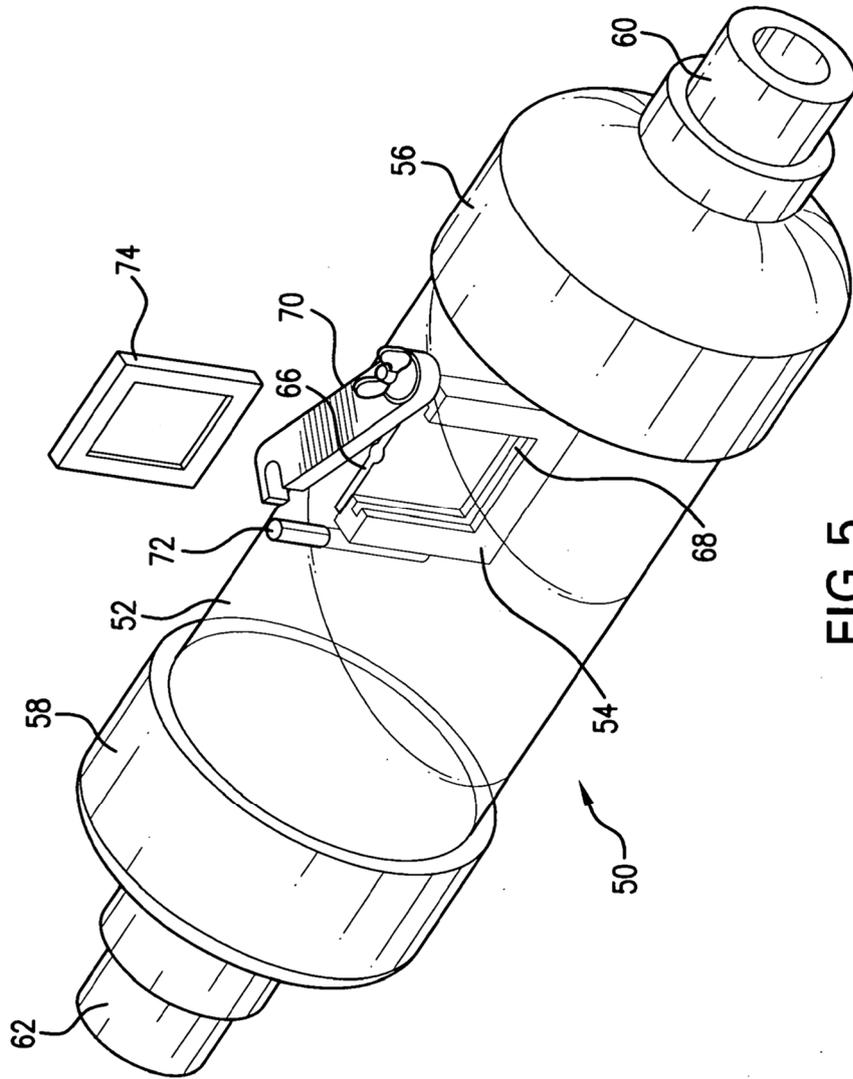


FIG. 5