

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 729 348**

51 Int. Cl.:

**D21C 5/00** (2006.01)

**D21C 9/00** (2006.01)

**D21H 11/18** (2006.01)

**D21H 17/67** (2006.01)

**D21H 17/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.11.2017 PCT/EP2017/080831**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.06.2018 WO18099977**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.11.2017 E 17805204 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.05.2019 EP 3387186**

54 Título: **Composición de aglutinante a base de fibras vegetales y cargas minerales, preparación y uso de la misma**

30 Prioridad:

**29.11.2016 FR 1661626**

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

**31.10.2019**

73 Titular/es:

**CENTRE TECHNIQUE DE L'INDUSTRIE DES  
PAPIERS, CARTONS ET CELLULOSES (50.0%)  
Domaine Universitaire  
38610 Gieres, FR y  
KADANT LAMORT (50.0%)**

72 Inventor/es:

**VAULOT, FRÉDÉRIC;  
LASCAR, ALAIN;  
CARRE, BRUNO;  
COCHAUX, ALAIN y  
LEROY, LAURENCE**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 729 348 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 aglutinante a base de fibras vegetales y cargas minerales, preparación y uso de la misma

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a una composición de aglutinante cuyos componentes pueden provenir principalmente de mezclas de materiales reciclados y/o residuos industriales, o incluso cualquier corriente de papel rica en cargas minerales y finos/fibras de celulosa. Esta composición de aglutinante está formada principalmente por 10 cargas minerales y materiales orgánicos a base de plantas. En lo sucesivo en el presente documento esta mezcla se clasificará como "composición de aglutinante".

El campo de uso de la presente invención se refiere a la producción de bio-materiales, productos compuestos así como productos para la industria papelera. En particular puede implicar la producción de papel o cartón.

15 Descripción de la técnica anterior

Los productos de papel, tales como papel y cartón, se preparan a partir de suspensiones acuosas de fibras lignocelulósicas. Se pueden preparar a partir de fibras recicladas.

20 Además de las fibras lignocelulósicas, estos productos generalmente comprenden cargas minerales. Estas cargas pueden provenir de canales de reciclado, en particular pulpas de papel reciclado.

25 Las denominadas cargas minerales "recicladas" y las denominadas cargas minerales "naturales" (no recicladas) se introducen en circuitos con el fin de modificar las propiedades del papel o cartón, en particular las propiedades ópticas y/o de superficie. Las cargas también hacen posible reducir el coste del producto acabado.

30 Como un ejemplo, las denominadas cargas minerales naturales usadas comúnmente en la industria papelera incluyen carbonato de calcio, caolín, dióxido de titanio, talco y sílice coloidal.

35 Sin embargo, incluso en términos de propiedades ópticas sobre superficie, las cargas minerales naturales proporcionan las propiedades deseadas, las cargas minerales recicladas a menudo producen efectos ópticos con cambios y en ocasiones no deseados. Sin embargo, independientemente de su origen, todas las denominadas fibras naturales o recicladas disminuyen el coste del papel o cartón influyen en las propias mecánicas y ópticas del papel o cartón. Además, a la vista de la falta de afinidad química entre las cargas minerales y las fibras lignocelulósicas, su introducción deliberada o incontrolada, y dependiendo de su modo de introducción, generalmente requiere la presencia de otros agentes de fijado y/o retención tales como poli(acrilamidas catiónicas, y/o agentes aglutinantes, por ejemplo almidón usados para mejorar la resistencia de la lámina y la retención de las cargas.

40 También se han desarrollado polímeros a base de acrilamida y sus derivados con el fin de mejorar la retención de carga a la vez que se mantienen las propias mecánicas del papel o cartón, tales como resistencia al desgarramiento, la cohesión interna y la resistencia al estallido, por ejemplo.

45 Aunque estas soluciones son relaciones satisfactorias, sin embargo todavía existe la necesidad de alternativas, más particularmente una alternativa a los polímeros y/o almidón, para su uso en el volumen o en la superficie con el fin de mejorar las características físicas del papel, con un coste menor.

50 Hablando en términos generales este es el problema que la presente invención resuelve a través del desarrollo de una composición de aglutinante. Esta composición de aglutinante hace posible sustituir parcial o completamente el uso de agentes de fortalecimiento en el estado seco (almidones, poli(acrilamidas anfotéricas, carboximetilcelulosa y gomas guar). También hace posible mejorar la retención y los niveles de carga mineral a la vez que se minimizan las pérdidas de propiedades mecánicas del papel o cartón.

55 Divulgación de la invención

La presente invención se refiere a una composición de aglutinante formada principalmente por agua, materiales orgánicos de base vegetal y cargas minerales.

60 Más específicamente, la presente invención se refiere a una composición de aglutinante que contiene agua, fibras vegetales y cargas minerales,

- la proporción de peso entre las fibras vegetales y las cargas minerales estando comprendida entre 99/1 y 2/98, de forma ventajosa entre 95/5 y 15/85, más de forma ventajosa entre 80/20 y 20/80,
- las fibras vegetales y las cargas minerales habiendo sido refinadas de forma simultánea.

65

La presente invención también se refiere a un método para producir esta composición de aglutinante y su uso en la producción de papel o cartón.

Composición de aglutinante:

5 Las propiedades de unión de la composición de aglutinante resultan de su preparación, y más particularmente del refinado de materiales orgánicos de base vegetal (fibras vegetales) en presencia de cargas minerales. El refinado corresponde a una compresión mecánica y tratamiento de cizallamiento. En general, el refinado permite la fibrilación y/o corte de los materiales orgánicos de base vegetal. El refinado permite adicionalmente el desarrollo del área de superficie específica y la potencia de unión de las fibras vegetales.

10 La presencia de cargas minerales durante el refinado hace posible fragmentar últimas, pero también revestirlas al menos parcialmente con las fibras vegetales que se han refinado. Por lo tanto, en la composición de aglutinante de acuerdo con la invención, las cargas minerales están unidas al menos parcialmente a otras debido a la formación de una red entre las fibras vegetales que se han refinado.

15 Una vez revestidas, las cargas minerales de la composición de aglutinante se pueden fijar y/o incluyen una red de fibras lignocelulósicas para producir papel o cartón. Su integración en este tipo de red fibrosa con un área de superficie específica grande hace posible mejorar las propiedades mecánicas y/o la suavidad del papel o cartón, mientras que la adición de cargas minerales mediante los métodos convencionales deteriora las características mecánicas y/o la suavidad. Mediante "cargas minerales revestidas" en la composición de aglutinante, los inventores hacen referencia a cargas minerales que están integradas al menos parcialmente dentro de las filas, preferentemente totalmente integradas. Por lo tanto las cargas minerales están cubiertas o rodeadas al menos parcialmente por las fibras.

20 Una de las especificidades de la composición de aglutinante está relacionada con el aumento del nivel de cargas minerales sin alterar las características físicas del papel o cartón. De hecho, al menos algunas de las cargas minerales presentes en el papel o cartón provienen de la composición de aglutinante, en la que las cargas minerales están revestidas al menos parcialmente con las fibras vegetales. El aumento del área de superficie específica de las fibras vegetales hace posible no solamente fijar las cargas minerales presentes durante el refinado, sino también mejorar la retención de las cargas minerales en un proceso para producir papel o cartón. En consecuencia, una composición de aglutinante se refiere a una composición que fija las cargas minerales sin dañar las características mecánicas del papel o cartón.

25 Las fibras vegetales son generalmente fibras lignocelulósicas. Se pueden obtener a partir de fibras de celulosa obtenidas a partir de materiales lignocelulósicos, en particular madera (madera dura o madera blanda) y plantas anuales. También pueden provenir del reciclado de materiales celulósicos.

30 Las fibras vegetales de la composición de aglutinante tienen un tamaño medio comprendido de forma ventajosa entre 10 µm y 700 µm como promedio. El tamaño de las fibras está más de forma ventajosa entre 10 µm y 500 µm como promedio, incluso más de forma ventajosa de aproximadamente 10 µm a 400 µm, e incluso más de forma ventajosa de aproximadamente 100 µm a 400 µm. Este es el tamaño medio de las fibras que se han refinado en presencia de cargas minerales. De acuerdo con otra realización, las fibras vegetales de la composición de aglutinante pueden tener un tamaño medio comprendido de forma ventajosa entre 10 µm y 600 µm, más de forma ventajosa de aproximadamente 100 µm a 600 µm. En general, las fibras que tienen un tamaño de 10 µm a 80 µm se denominan finos.

El tamaño se refiere a la dimensión más grande de las fibras vegetales, por ejemplo la longitud.

35 Por lo general, las propiedades tales como tamaño (longitud, diámetro, grosor) se pueden obtener a partir de métodos y aparatos convencionales, por ejemplo un analizador de Morfología de Fibra MorFi.

40 La composición de aglutinante de acuerdo con la invención es una composición fibrosa. Esta contiene fibras refinadas pero puede contener finos (es decir, fibras que tienen un tamaño de 10 µm a 80 µm) y/o fibras fibriladas. En general, las fibras refinadas de la composición de aglutinante incluyen:

- fibras que se han cortado, estas fibras pueden estar fibriladas o no,
- finos (10-80 µm), es decir, fibras que se han cortado o fibras fibriladas que se han cortado.

45 Sin embargo, el contenido fibroso de la composición de aglutinante está formado principalmente por fibras refinadas. Las fibras refinadas incluyen fibras que se han cortado y fibras fibriladas. La proporción de peso de 99/1 a 2/98 de la composición de aglutinante se refiere a fibras refinadas y cargas refinadas; por lo tanto se refiere a fibras que se han cortado y a fibras fibriladas.

60 De acuerdo con una realización específica, la composición de aglutinante puede tener un porcentaje total de finos (fibras que tienen un tamaño de 10-80 µm) con una longitud preferentemente superior a un 30 %, más

preferentemente superior a un 50 %, incluso más preferentemente entre un 60 y un 90 %, e incluso más preferentemente entre un 70 % y un 90 %. Estos porcentajes se pueden obtener a partir de métodos y aparatos convencionales, por ejemplo un analizador de Morfología de Fibra MorFi, el % de finos en longitud.

5 Las fibras están formadas por capas de microfibrillas. Más específicamente, una fibra está formada por decenas o cientos de microfibrillas (generalmente menos de 500 microfibrillas) colocadas en capas conectadas mediante lignina y/o hemicelulosa. Las fibras refinadas tienen un diámetro que generalmente está entre 10 y 60  $\mu\text{m}$ , preferentemente entre 15 y 40  $\mu\text{m}$ , y una longitud que está generalmente entre 10  $\mu\text{m}$  y 700  $\mu\text{m}$ , más preferentemente entre 100  $\mu\text{m}$  y 600  $\mu\text{m}$ .

10 Las fibras fibriladas son fibras que tienen fibrillas que emergen de un núcleo principal de las fibras.

Las microfibrillas resultan de la fibrilación de fibras. Están formadas por agregados de fibrillas, generalmente menos de 60 fibrillas. Por ejemplo, los documentos WO 2014/091212 y WO 2010/131016 se refieren a la formación de microfibrillas.

15 Las nanofibrillas o fibrillas primarias resultan de la fibrilación de microfibrillas. Están formadas por macromoléculas de celulosa que se asocian mediante enlaces de hidrógeno. Por ejemplo, los documentos WO 2010/112519 y WO 2010/115785 se refieren a la formación de nanofibrillas.

20 Por lo general, la celulosa nano-cristalina tiene una anchura de aproximadamente 5 nm a 50 nm y una longitud de aproximadamente 100 nm a 500 nm. La celulosa nano-fibrilar tiene una anchura de aproximadamente 20 nm a 50 nm y una longitud de aproximadamente 500 nm a 2000 nm. La nanocelulosa amorfa (elíptica) tiene un diámetro medio de aproximadamente 50 nm a 300 nm. (Véase Chamberlain D., Paper Technology Summer 2017 Micro- and Nano-Cellulose Materials - An Overview).

25 El refinado permite el corte de las fibras. También permite que las fibras se hinchen. Las fibras que se han refinado por lo tanto son más cortas y están hinchadas. Cuando el pelado de las fibras se produce durante el refinado, el tamaño (diámetro o grosor) de las tiras resultantes no se reduce drásticamente ya que se también se produce hinchamiento. Estos dos fenómenos realmente se anulan entre sí. Sin embargo, el refinado aumenta la cantidad de fibras que tienen un tamaño inferior a 80  $\mu\text{m}$ .

30 En resumen, el refinado de acuerdo con la invención estimula al corte de las fibras con respecto a la fibrilación de las fibras.

35 La composición de aglutinante de acuerdo con la invención tiene un porcentaje de fibras que tienen un tamaño medio de 335  $\mu\text{m}$  o más que es preferentemente un 10 % o menos de la cantidad total de fibras dentro de la composición de aglutinante, más preferentemente entre un 1 % y un 10 %, e incluso más preferentemente entre un 1 % y un 5 %.

40 Al final del refinado, las fibras vegetales tienen un área de superficie específica incluida de forma ventajosa entre 5  $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$  y 200  $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ , más de forma ventajosa entre 10  $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$  y 100  $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ .

45 Las fibras vegetales implementadas se obtienen de forma ventajosa a partir de canales de reciclado de papel y/o cartón.

50 En la composición de aglutinante, las fibras vegetales (recicladas o no) corresponden a la parte del material orgánico obtenido a partir de la planta que se puede quemar cuando la composición de aglutinante, previamente secada, se somete a una temperatura a 425  $^{\circ}\text{C}$  durante un periodo de tiempo de al menos 2 horas. Por lo tanto la masa quemada corresponde a la parte de masa de fibra vegetal.

Aparte de las fibras vegetales, la composición de aglutinante también comprende cargas minerales.

55 En general, en la invención se puede implementar cualquier tipo de cargas minerales convencionales. Esto puede implicar cargas minerales naturales, es decir, cargas no obtenidas a partir de reciclado.

Sin embargo, las cargas minerales se obtienen de forma ventajosa a partir de canales de reciclado de papel y/o cartón.

60 Independientemente de su origen, las cargas minerales se pueden elegir en particular entre el grupo que comprende carbonato de calcio, caolín, dióxido de titanio, talco, y mezclas de los mismos.

65 En la composición de aglutinante, las cargas minerales tienen un tamaño medio centrado de forma ventajosa alrededor de 1  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ , más de forma ventajosa alrededor de 10  $\mu\text{m}$  a 50  $\mu\text{m}$ . También pueden asumir la forma de cargas y/o agrupamientos unitarios. Por lo general con el tamaño medio se puede centrar alrededor de 1  $\mu\text{m}$  a 10  $\mu\text{m}$ .

El tamaño se refiere a la dimensión más grande, por ejemplo el diámetro de cargas o agrupamientos esféricos. Este es el tamaño de las cargas después del refinado en presencia de fibras vegetales.

5 En la composición de aglutinante, las cargas minerales, recicladas o no, corresponden a la parte del material mineral no quemado cuando la composición de aglutinante, previamente seca, se somete a una temperatura a 425 °C durante un periodo de tiempo de al menos 2 horas.

10 En el caso de cargas y/o fibras vegetales obtenidas a partir de reciclado, en particular reciclado de papel o cartón, el mismo ensayo de combustión a una temperatura de 425 °C durante al menos 2 horas se puede usar para determinar la cantidad de cargas vegetales y la cantidad de cargas minerales contenidas en los materiales reciclados.

15 Cuando las cargas minerales y/o fibras vegetales provienen de canales de reciclado, éstas se pueden obtener a partir de materiales reciclados y/o residuos de planta industrial. También se pueden obtener a partir de destinción de aguas residuales y/o otros residuos industriales. En general, estas composiciones están formadas principalmente por cargas minerales y/o materia orgánica.

Por lo tanto, la composición de aglutinante puede comprender:

- 20 - agua,
- fibras vegetales naturales (no recicladas) y/o fibras vegetales recicladas, y
- cargas minerales naturales (no recicladas) y/o cargas minerales recicladas.

25 La presente invención por lo tanto hace posible combinar fibras vegetales (recicladas y/o no recicladas) y cargas minerales (recicladas y/o no recicladas) en una composición homogénea.

30 Como ya se ha indicado, la composición de aglutinante tiene una proporción de peso de fibras vegetales/cargas minerales comprendida entre 99/1 y 2/98, de forma ventajosa entre 95/5 y 15/85, de forma ventajosa entre 80/20 y 20/80. De forma ventajosa, comprende de 5 a 500 g de la mezcla de fibras vegetales y cargas minerales por litro de agua, más ventajosamente 10 g a 100 g, y aún más ventajosamente 20 g a 50 g.

35 De acuerdo con una realización particular, la composición de aglutinante también puede comprender al menos un aditivo, por ejemplo un modificador de reología, o un agente para mejorar las características mecánicas. En la composición de aglutinante, el al menos un aditivo de forma ventajosa representa entre un 0 y un 50 % con respecto al peso de la composición de aglutinante. Cuando está presente, se trata de cantidades de al menos un aditivo con respecto al menos un porcentaje de peso distinto de cero.

40 Sin embargo, aparte de cualquier impureza, la composición de acuerdo con la invención está constituida de forma ventajosa por agua, fibras vegetales (recicladas o no) y cargas minerales (recicladas o no). Cualquier impureza puede provenir en particular de la suspensión fibrosa usada para preparar las fibras vegetales de la composición de aglutinante. Cuando están presentes, las impurezas preferentemente ascienden a menos de un 10 % en peso de la composición de aglutinante, preferentemente menos de un 5 % en peso, y más preferentemente menos de un 1 % en peso. La cantidad de impurezas se puede medir de acuerdo con métodos convencionales, por ejemplo con un tamiz de Somerville que tiene un tamaño de rendija estándar de 0,15 mm. Las impurezas pueden incluir plásticos...

45 La composición de aglutinante de acuerdo con la invención corresponde una composición con una distribución homogénea de sus componentes en el volumen, el refinado haciendo posible fragmentar las cargas minerales y, al menos parcialmente, revestirlas en las fibras vegetales.

50 La composición de aglutinante tiene una viscosidad de Brookfield que varía preferentemente de 500 cps a 20 000 cps, más preferentemente de 800 cps a 12 000 cps.

55 La viscosidad de Brookfield de la composición de aglutinante se puede medir con un viscosímetro Brookfield, a 25 °C con un módulo de LV. La persona con experiencia en la materia será capaz de determinar el módulo y la velocidad (viscosímetro Brookfield, módulo de LV) adecuados para el intervalo de viscosidad a medir. La viscosidad de Brookfield se mide preferentemente después de 100 segundos a 100 rpm.

La composición de aglutinante generalmente es tixotrópica. En otras palabras, su viscosidad disminuye después de cizallamiento y vuelve a viscosidad original o aumentar con el tiempo cuando termina el cizallamiento.

60 Método para preparar la composición de aglutinante:

La presente invención también se refiere al método para preparar la composición de aglutinante.

65 Como ya se ha indicado, las propiedades de la composición de aglutinante resultan del refinado de las fibras vegetales en presencia de cargas minerales.

Este método comprende las siguientes etapas:

- preparar una suspensión de fibras vegetales y cargas minerales en agua, la proporción de peso entre las fibras vegetales y las cargas minerales estando comprendida entre 99/1 y 2/98, de forma ventajosa entre 95/5 y 15/85, más ventajosamente entre 80/20 y 20/80,
- refinar esta suspensión.

El refinado no se puede comparar con un proceso de molienda o con un proceso de fibrilación. Los solicitantes han comparado una mezcla disponible en el mercado que resulta de la molienda de celulosa y cargas minerales. Los diferentes experimentos realizados por los Solicitantes (véase la sección de "Ejemplos" que sigue a continuación) muestran que la molienda de la composición de acuerdo con la invención proporciona mejores propiedades de resistencia.

Sin desear quedar ligado por la teoría, los Solicitantes consideran que estas mejoras se deben al hecho de que la etapa de refinado aumenta al corte de las fibras. A diferencia de una etapa de molienda, no estimula la fibrilación de las fibras aunque se puede producir una cierta fibrilación. Además, la fibrilación de acuerdo con la invención proporciona una distribución de tamaño homogénea en la que los procesos de fibrilación tales como molienda proporcionan una distribución del tamaño diversa. Por último, a diferencia de la molienda, el refinado de acuerdo con la invención proporciona cargas minerales revestidas con o integradas dentro de las fibras refinadas.

El refinado proporciona fibras que se han cortado. Las fibras refinadas consisten principalmente en fibras que se han acortado en términos de longitud. El refinado no significa fibrilación ya que no tiene como objeto la separación de las fibras en microfibrillas o nanofibrillas. Sin embargo y como ya se ha mencionado, se puede producir una cierta cantidad de fibrilación. De hecho, cantidades menores de fibras pueden estar parcial o totalmente fibriladas. Además, el refinado puede proporcionar fibras hinchadas (la etapa de refinado se realiza en presencia de agua).

El refinado generalmente se realiza entre dos discos de refinadora paralelos que tiene una distancia fija entre los discos, generalmente entre un disco giratorio y un disco fijo. El refinado también se puede realizar mediante una serie de pares de discos paralelos, preferentemente una serie de varios pares de discos (de 2 a 6 pares de discos, por ejemplo) que pueden tener la misma distancia inter-discos o una distancia inter-discos decreciente. Por ejemplo, estos discos pueden estar hechos con acero o acero inoxidable. Por lo general, los discos de refinadora comprenden barras y hendiduras. La persona con experiencia en la materia será capaz de seleccionar los discos apropiados estimularán el corte con respecto a la fibrilación de las fibras.

La molienda implica cizallamiento/ruptura y aplastamiento de las fibras. El cizallamiento/ruptura en un proceso de molienda es definitivamente mayor que en un proceso de refinado. De forma más específica, en un proceso de molienda, las fibras se exponen a abrasión ya que se inmovilizan y se presionan contra un medio de molienda o un disco de molienda (discos con trozos molidos que sobresalen). Como resultado, las fibras se separan en fibras individuales rasas que se aplastan. Por otro lado, el refinado pela y corta las fibras.

La fibrilación o nanofibrilación proporciona fibrillas, es decir, la separación de las fibras en fibrillas. Sin embargo, un proceso de ese tipo no necesariamente implica la reducción de la longitud de las fibras. Por lo tanto es diferente al refinado. Las nanofibrillas se pueden preparar mediante molienda ultra-fina. Por lo general, un molino ultra-fino comprende discos de cerámica separados por una distancia que depende de la composición de las fibras alimentadas al molino. La distancia entre los dos discos cambia durante el proceso de molienda.

Como resultado, las fibras fibriladas generalmente tienen una longitud que es mayor que la de las fibras refinadas.

Además, de acuerdo con la invención, el refinado se realiza preferentemente en ausencia de cualquier medio de molienda tal como perlas, bolas o gránulos de cualquier material duro tal como cerámica o metal.

Antes del refinado, este método también puede comprender una etapa de fraccionamiento y/o una etapa de tratamiento enzimático. Por lo tanto el método puede comprender la siguiente secuencia:

- a) preparación de una suspensión de fibras vegetales y cargas minerales en agua,
- b) opcionalmente, fraccionamiento de esta suspensión,
- c) opcionalmente, tratamiento enzimático de esta suspensión,
- d) refinado de esta suspensión.

a) Preparación de una suspensión de fibras vegetales y cargas minerales en agua

La suspensión de fibras vegetales y cargas minerales en agua de acuerdo con la invención se puede preparar a partir de fibras vegetales recicladas o no recicladas y cargas minerales recicladas o no recicladas. Por lo tanto pueden resultar al menos parcialmente a partir de materiales reciclados, por ejemplo materiales obtenidos a partir del reciclado de papel o cartón.

Basándose en la naturaleza de los materiales reciclados, se pueden añadir fibras vegetales no recicladas y/o cargas minerales no recicladas para alcanzar la proporción de peso de fibras vegetales/cargas minerales deseada.

5 Como se ha indicado anteriormente, las fibras vegetales y/o las cargas minerales pueden provenir de materiales reciclados y/o residuos de plantas industriales. Como un ejemplo, pueden provenir de aguas residuales de la fabricación de papel, en particular de destinción de aguas residuales o aguas residuales de alcantarillado, y/u otros residuos industriales, y/o una torta de filtro de aguas rápidas de una máquina de papel.

10 En general, la suspensión de fibras vegetales (suspensión fibrosa) comprende generalmente de 5 g a 500 g de componentes de la composición de aglutinante por litro de agua, más ventajosamente de 10 g a 100 g, y aún más ventajosamente de 20 g a 50 g.

15 Los materiales reciclados generalmente se someten a tratamientos previos haciendo posible aislar, durante procesos de reciclado, fracciones enriquecidas con cargas minerales recicladas y fibras vegetales que tienen un tamaño medio generalmente inferior a 2000 µm.

20 En consecuencia, en la suspensión acuosa, las fibras vegetales tienen un tamaño medio de forma ventajosa inferior a 5000 µm, más ventajosamente inferior a 2000 µm, más ventajosamente inferior a 1000 µm, y aún más ventajosamente inferior a 800 µm.

25 Cualquier adición de cargas minerales se puede realizar antes y/o después de la etapa de fraccionamiento. También se puede realizar antes y/o después de la etapa de procesamiento enzimático. Por lo tanto, las etapas opcionales (fraccionamiento y tratamiento enzimático) se pueden realizar en ausencia de cargas minerales. Solamente la etapa de refinado se realiza necesariamente en presencia de fibras vegetales y cargas minerales.

b) Fraccionamiento opcional

30 La etapa de fraccionamiento se realiza opcionalmente antes del refinado, si fuera aplicable antes de un tratamiento enzimático.

35 El fraccionamiento de la suspensión de fibras vegetales hace posible enriquecer la suspensión con fibras vegetales cortas que tienen un tamaño medio de forma ventajosa inferior a 2000 µm, más ventajosamente inferior a 1000 µm, y aún más ventajosamente inferior a 800 µm punto si fuera aplicable, es decir, cuando la suspensión de fibras comprende cargas minerales, el fraccionamiento también puede enriquecer la suspensión con cargas minerales.

40 Por lo tanto, en comparación con una suspensión de fibras no enriquecidas por fraccionamiento, la suspensión enriquecida con fibras vegetales cortas y/o cargas minerales hace posible facilitar el revestimiento de las cargas minerales y, en consecuencia, la producción de la composición de aglutinante con menos energía.

45 El fraccionamiento se puede realizar usando técnicas convencionales, en particular mediante tamizado con rendijas y/u orificios y/o hidrociclón y/o lavador espesante.

Al final del fraccionamiento, las cargas minerales se pueden añadir opcionalmente a la suspensión de fibras vegetales. También se pueden añadir fibras vegetales no fraccionadas, estas fibras vegetales teniendo un tamaño medio de forma ventajosa inferior a 5000 µm.

c) Tratamiento enzimático opcional

50 De acuerdo con una realización particular, las fibras vegetales se pueden someter a un tratamiento enzimático antes de la etapa de refinado.

Este tratamiento se realiza de forma ventajosa después de una etapa de fraccionamiento.

55 Por lo tanto, de acuerdo con una realización preferente, el método para preparar la composición de aglutinante comprende las siguientes etapas:

- fraccionamiento de una suspensión de fibras recicladas o no recicladas que también puede comprender cargas minerales recicladas o no recicladas,
- opcionalmente, añadir cargas minerales recicladas o no recicladas y/o residuo industrial a la suspensión resultante del fraccionamiento,
- tratamiento enzimático de esta suspensión,
- opcionalmente, añadir cargas minerales recicladas o no recicladas y/o residuo industrial a esta suspensión,
- refinar esta suspensión of fibras vegetales y cargas minerales.

65 El tratamiento enzimático se puede realizar con o sin la presencia de cargas minerales. De hecho, las cargas minerales se pueden introducir antes del tratamiento enzimático, o entre el tratamiento enzimático y el refinado.

El tratamiento enzimático se realiza de forma ventajosa en presencia de una mezcla de enzimas, y antes del refinado.

5 Estas enzimas son capaces de descomponer al menos uno de los componentes de las fibras vegetales, es decir, la lignina y/o la celulosa y/o la hemicelulosa. En general, estas enzimas pueden hacer que las fibras vegetales sean frágiles al alterar sus componentes.

10 La persona con experiencia en la materia conocerá cómo elegir las enzimas apropiadas así como las condiciones de tratamiento basándose en lo mencionado anteriormente.

La actividad de la enzima se puede detener mediante exposición de la suspensión a vapor.

15 Al final del tratamiento enzimático, las cargas minerales se pueden añadir opcionalmente al la suspensión de fibras vegetales. También se pueden añadir fibras vegetales que no se han tratado por vía enzimática.

d) Refinado de las fibras vegetales en presencia de cargas minerales

20 Como ya se ha indicado, el refinado de las fibras vegetales se realiza en presencia de cargas minerales. Este hace posible desarrollar el área de superficie específica de las fibras vegetales y revestir al menos parcialmente las cargas minerales con las fibras vegetales.

25 De forma ventajosa, el refinado no altera la concentración de la suspensión en términos de fibras vegetales y cargas minerales. Por lo tanto la cantidad de cada uno de los componentes de la composición de aglutinante se determina de forma ventajosa justo antes de realizar el refinado.

El refinado se realiza de forma ventajosa después de una etapa de fraccionamiento y/o una etapa de tratamiento enzimático.

30 Antes del refinado, las cargas minerales generalmente tienen la forma de agrupamientos de cargas. Además, los agrupamientos de cargas minerales obtenidos a partir del reciclado generalmente tienen un tamaño, para el valor de tamaño más grueso, que varía de 400  $\mu\text{m}$  a 1000  $\mu\text{m}$ , que es incompatible con el uso inmediato para producir papel sin consecuencias negativas.

35 En general, el refinado de una suspensión fibrosa hace posible comprimir y someter a cizallamiento las fibras vegetales. En el presente caso, el refinado también hace posible disminuir el tamaño de las cargas minerales, en particular mediante descomposición de los agregados de cargas minerales. El refinado simultáneo de las fibras y cargas también sirve para revestir, o integrará, las cargas al menos parcialmente con las fibras durante el transcurso del proceso para producir la composición de aglutinante.

40 El refinado haciendo posible fragmentar las cargas minerales (o agregados), al final del refinado, las cargas minerales recicladas (o los agrupamientos) han experimentado generalmente un aumento en un factor de al menos 1,5 a 30 con respecto a su área de superficie específica inicial, preferentemente al menos 5 y posiblemente aproximadamente 10. En otras palabras, el refinado aumenta el área de superficie específica de las cargas minerales recicladas.

45 Las cargas minerales, refinadas y al menos parcialmente revestidas con las fibras vegetales, entonces tienen un tamaño medio de forma ventajosa centrado de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ , más ventajosamente de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$  a 50  $\mu\text{m}$ . Por lo general, de tamaño medio se puede centrar de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$  a 10  $\mu\text{m}$ . También pueden asumir la forma de cargas unitarias y/o agrupamientos de cargas unitarias.

50 El tamaño se refiere a la dimensión más grande de las cargas o agrupamientos después de la etapa de refinado, por ejemplo el diámetro para cargas o agrupamientos esféricos.

55 Por lo tanto, este método es particularmente adecuado para el uso de productos obtenidos a partir del reciclado de papel o cartón, que hasta ahora se podía haber considerado indeseable debido a la presencia potencial de cargas minerales y elementos de celulosa fina.

60 Como ya se ha mencionado, al final del refinado, las fibras refinadas tienen una longitud media ponderada por la longitud de forma ventajosa comprendida entre 10  $\mu\text{m}$  y 700  $\mu\text{m}$ , más ventajosamente entre 10  $\mu\text{m}$  y 500  $\mu\text{m}$ , incluso más de forma ventajosa de aproximadamente 100  $\mu\text{m}$  a 400  $\mu\text{m}$ . De acuerdo con otra realización, las fibras vegetales de la composición de aglutinante pueden tener un tamaño medio de forma ventajosa comprendido entre 100  $\mu\text{m}$  y 600  $\mu\text{m}$ , más ventajosamente de aproximadamente 100  $\mu\text{m}$  a 600  $\mu\text{m}$ . En general, las fibras que tienen un tamaño de 10  $\mu\text{m}$  a 80  $\mu\text{m}$  se denominan finos.

65 De acuerdo con el conocimiento de una persona con experiencia en la materia, la longitud media ponderada por la longitud se obtiene preferentemente a partir de la siguiente fórmula en la que "n" es una fibra individual y "1" es la



longitud de una fibra individual:  $\frac{\sum n.l^2}{\sum n.l}$ .

Además, al final de la etapa de refinado, la composición de aglutinante tiene una concentración que tiene un contenido seco (fibras vegetales + cargas minerales) de forma ventajosa comprendido entre 5 y 500 g por litro de agua, más ventajosamente de aproximadamente 10 a 100 g por litro de agua, y aún más ventajosamente de 20 g a 50 g por litro de agua.

Como ya se ha mencionado, el refinado se realiza generalmente entre dos discos de refinadora paralelos que tiene una distancia fija entre los discos. De acuerdo con una realización preferente de la invención, la suspensión acuosa de fibras vegetales y cargas minerales que se va a refinar se pasa preferentemente entre los discos una o varias veces. El refinado normalmente se detiene después de 10 a 80 pases a través de los discos de refinadora, más preferentemente de 10 a 60 pases, incluso más preferentemente después de 15 a 40 pases.

El método de acuerdo con la invención tiene una entrada de energía total entre 200 y 2000 kW.h por tonelada de fibras vegetales y cargas minerales, más preferentemente entre 300 y 900 kW.h por tonelada, incluso más preferentemente entre 400 y 700 kW.h por tonelada.

De acuerdo con la invención con el refinado preferentemente se refiere al desarrollo de la suspensión acuosa de fibras vegetales y cargas minerales que se va a refinar entre discos de refinadora, por ejemplo entre dos discos de refinadora. El desarrollo de la suspensión de forma indefinida no es necesario a medida que el refinado alcanza un umbral. Además, durante el refinado no se produce ya que la mayor parte de las fibras preferentemente nunca están fibriladas.

Después de la etapa de refinado, la composición de aglutinante se puede concentrar, por ejemplo el agua se puede evaporar parcialmente.

Uso de la composición de aglutinante:

La presente invención también se refiere al uso de la composición de aglutinante en un método para producir papel o cartón, así como un método para papel o cartón.

Esta composición de aglutinante se puede usar por ejemplo en un método para producir papel y/o cartón, y/o para producir biomateriales y/o materiales compuestos. De hecho, hace posible mejorar la conexión entre las fibras vegetales, fijar las cargas minerales en el producto acabado con participar en la mejora de las propiedades mecánicas.

Cuando la composición de aglutinante se usa como un aditivo en un proceso convencional para producir papel o cartón, ésta se introduce de forma ventajosa en la pasta diluida, por ejemplo en el cajón de entrada, y/o en un cajón de entrada estratificado. La cantidad de composición de aglutinante introducida entonces representa de forma ventajosa de un 0,5 a un 10 % en peso con respecto a la masa de la suspensión de fibras.

La composición de aglutinante también se aplica sobre papel o cartón que ya se ha formado. Entonces implica un tratamiento de la superficie en la que la composición de aglutinante se aplica de forma ventajosa mediante barras de pulverización y/o aplicación en superficie, por ejemplo en revestimiento o prensado por tamaño.

Esta composición de aglutinante hace posible contribuir a las propiedades mecánicas de cohesión interna, tracción, estallido, resistencia a la comprensión, etc. y/o suavidad y/o disminución de la permeabilidad y/o mejor retención de carga, sin obstaculizar el proceso de capacidad de drenaje durante la formación del papel o cartón.

A la vista de sus propiedades, la composición de aglutinante de acuerdo con la invención se puede usar para preparar cualquier tipo de papel o cartón. Por lo tanto se puede introducir en una capa específica de un laminado (proceso de laminación para capas heterogéneas).

Tania se puede usar para aumentar la cantidad de cargas minerales en papeles de impresión y escritura y/o papeles sanitarios o domésticos (toallas de papel, pañuelos, papel de baño, servilletas, etc.).

La invención y sus ventajas llegarán a ser más evidentes para alguien con experiencia en la materia a partir de las figuras y ejemplos que siguen a continuación.

Breve descripción de las figuras

La Figura 1 muestra la distribución de la longitud de la fibra de la composición de aglutinante de acuerdo con la invención con respecto a una composición obtenida mediante molienda (longitud de la fibra ponderada por área).

La Figura 2 muestra longitudes de fibras medias de la composición de aglutinante de acuerdo con la invención con

respecto a una composición obtenida mediante molienda.

**Ejemplos**

5 La composición de aglutinante de acuerdo con la invención (GP) se ha comparado con una composición que resulta de la molienda de fibras en presencia de cargas minerales (CE).

1/ Preparación de la composición de acuerdo con la invención

10 Las fibras vegetales se tratan como sigue a continuación en presencia de cargas minerales:

- Preparación de una pulpa de celulosa (extractor de pulpa Helico): 160 kg de fibras vegetales + 1300 litros de agua a 63 °C durante 15 minutos,
- Tratamiento enzimático en un biorreactor:
  - o 30 minutos a 50 °C,
  - o Filtración (Buchner) (% de retención de C = 4,96 %),
- Refinado (40,6 cm (16 pulgadas)) durante 180 minutos, con una energía específica global de 600 kWh por tonelada de fibras y cargas.

20 La Tabla 1 Resume los diferentes tratamientos realizados con el fin de preparar las composiciones de GP0, GP2 y GP3 (madera blanda + CaCO<sub>3</sub> refinado de forma simultánea).

Tabla 1: Condiciones para preparar la composición de acuerdo con la invención (GP0, GP2, GP3).

Composición	Extractor de pulpa	Tratamiento enzimático	% de C	Refinado
GP0	Industrial	30 minutos a 50 °C	4,96 %	180 minutos
GP2	Lab	30 minutos a 50 °C	2 %	190 minutos
GP3	Lab	30 minutos a 50 °C	2 %	120 minutos

25 GP0, GP2 y GP3 tienen una carga mineral de un 2,00; un 18,60 y un 45,40 % en peso respectivamente, con respecto al peso seco de las composiciones de GP. La cantidad de cargas minerales corresponde al contenido de ceniza después del tratamiento de la composición a 425 °C.

2/ Contra-ejemplo (CE)

30 La composición de acuerdo con la invención se ha comparado con una composición (CE) que comprende fibras y cargas minerales que se han molido de forma simultánea.

35 La composición de CE comprende fibras de madera blanda y cargas minerales de CaCO<sub>3</sub>. Tiene un contenido de ceniza de un 53,6 % en peso a 425 °C.

3/ Propiedades de las composiciones de GP con respecto a CE

40 La distribución de tamaño de las composiciones de GP (refinado) se ha comparado con la composición de CE que resulta de un proceso de molienda.

Estos análisis se han realizado con un instrumento MorFi (Techpap). Solamente se han tenido en cuenta las fibras y cargas que tienen un tamaño de al menos 80 µm.

45 De acuerdo con la may la inicial figura 1 (longitud de la fibra ponderada por área), la composición GP0 tiene una distribución de tamaño estrecha entrada a aproximadamente 174 µm. Menos de un 15 % de las fibras de GP0 tienen un tamaño de 335 µm o superior.

50 La composición de acuerdo con el contra-ejemplo CE tiene un 30 % de sus fibras de 335 µm o más.

La distribución de tamaño de la composición de GP es por lo tanto definitivamente más homogénea que la de la composición de CE, como también se demuestra con las diversas mediciones de longitud (véase en la Figura 2).

55 La Figura 2 muestra de su longitud es de fibra medias de la composición de aglutinante de acuerdo con la invención con respecto a una composición obtenida mediante molienda. La longitud media aritmética de la fibra (L(n)), la longitud media de la fibra ponderada por longitud (L(l)) y la longitud media ponderada por área (L(w)) se calculan respectivamente de acuerdo con las siguientes fórmulas:

$$L(n) = \frac{\sum_i n_i l_i}{\sum_i n_i} \quad L(l) = \frac{\sum_i n_i l_i^2}{\sum_i n_i l_i} \quad L(w) = \frac{\sum_i n_i l_i^3}{\sum_i n_i l_i^2}$$

4/ Fabricación de papel que implica a las composiciones de acuerdo con la invención y la composición de CE

- 5 Se formaron láminas de papel (90 g/m<sup>2</sup>) con un formador dinámico de láminas. Se añadió un 5 % en peso (peso seco) de una composición de GP o CE (véase la línea "Composición añadida" en la Tabla 2) que se añadieron a una pulpa de papel que contenía fibras vegetales (madera blanda) que se habían refinado a 25°SR (véase la línea "Pulpa inicial" en la Tabla 2).
- 10 Se añadieron cargas minerales adicionales como se muestra en la Tabla 2 con el fin de alcanzar un total de un 15 % en peso (véanse las líneas "CaCO<sub>3</sub> añadido" y "CaCO<sub>3</sub> total" en la Tabla 2).

Tabla 2: Composiciones de pulpa de papel – Propiedades

		CE	GP0	GP2	GP3	
Composición añadida		Fibras (% en peso)	2,68	0,10	0,93	2,27
		Cargas (% en peso)		4,90	4,07	2,73
Pulpa inicial	CaCO <sub>3</sub> Añadido (% en peso)	12,32	14,90	14,07	12,73	
	Fibras de madera blanda (% en peso, 25°SR)	82,68	80,10	80,93	82,27	
Pulpa final	CaCO <sub>3</sub> Total (% en peso)	15,00	15,00	15,00	15,00	
	Fibras totales de madera blanda (% en peso)	85,00	85,00	85,00	85,00	
Contenido de ceniza en la lámina formada (425 °C), % en peso		5,10	6,70	11,90	11,60	
Retención de ceniza, % en peso		34,00	44,67	79,33	77,33	
Volumen, cm <sup>3</sup> /g		1,51	1,44	1,46	1,49	
Índice de tracción, N*m/g		60,5	65,3	55,3	54,2	
TEA, N.m/mm <sup>2</sup>		0,215	0,263	0,244	0,245	
Índice de estallido, kPa.m <sup>2</sup> /g		6,30	6,70	5,75	5,66	
Unión de Scott, J/m <sup>2</sup>		385,9	490,4	409,1	369,2	
Permeabilidad al aire, cm <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> .Pa.s		6,2	2,2	2,8	3,1	
Opacidad, %		84,5	85,3	90,0	89,2	

- 15 Las láminas de papel preparadas a partir de las composiciones de GP tienen una retención de carga más elevada que la composición de CE (véase la línea "Retención de ceniza"). Las fibras refinadas que integran cargas refinadas (composiciones GP2 y GP3) también estimulan la retención de cargas añadidas.
- 20 El contenido de carga varía de un 5,1 (CE) a un 11,9 % (GP2). Como se muestra en los ejemplos de CE y GP0 (contenido de ceniza similar), la cantidad de cargas minerales puede cambiar drásticamente las propiedades de la lámina de papel. De hecho, GP0 proporciona una mejora de un 8 % del Índice de tracción (65,3 con respecto a 60,5), una mejora de un 22 % de la TEA (Absorción de Energía de Tracción; 0,263 con respecto a 0,215), y una mejora de un 27 % de la unión de Scott (resistencia a la unión, 490,4 con respecto a 385,9).
- 25 A la vista de lo mencionado anteriormente, la composición de acuerdo con la invención proporciona claramente propiedades mejoradas en comparación con las composiciones de la técnica anterior que resultan de la molienda de fibras vegetales en presencia de cargas minerales. También mejorar la retención de carga.

**REIVINDICACIONES**

1. Una composición de aglutinante que contiene agua, fibras vegetales y cargas minerales,
- 5 - las fibras vegetales y las cargas minerales teniendo una proporción de peso entre 99/1 y 2/98,  
- las fibras vegetales y las cargas minerales habiendo sido refinadas de forma simultánea,  
en la que las fibras refinadas tienen un tamaño medio entre 10 y 700 µm,  
y en la que las fibras refinadas, al menos parcialmente, integran las cargas minerales refinadas.
- 10 2. La composición de aglutinante de acuerdo con la reivindicación 1, *caracterizada* por que la composición tiene una proporción de peso de fibras vegetales/cargas minerales comprendida entre 95/5 y 15/85, de forma ventajosa entre 80/20 y 20/80.
- 15 3. La composición de aglutinante de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, *caracterizada* por que la composición está formada por agua, fibras vegetales y cargas minerales.
- 20 4. La composición de aglutinante de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, *caracterizada* por que las cargas minerales se eligen entre el grupo que comprende carbonato de calcio, caolín, dióxido de titanio, talco, y mezclas de los mismos.
- 25 5. La composición de aglutinante de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, *caracterizada* por que las cargas minerales y/o las fibras vegetales se obtienen a partir de canales de reciclado de papel o cartón.
- 30 6. La composición de aglutinante de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, *caracterizada* por que el porcentaje de fibras que tienen un tamaño medio de 335 µm o más es un 10 % o menos de la cantidad total de fibras dentro de la composición de aglutinante, preferentemente entre un 1 % y un 10 %, más preferentemente entre un 1 % y un 5 %.
- 35 7. Un uso de la composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6 en un proceso para producir papel o cartón.
- 40 8. Un método para preparar la composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende las siguientes etapas:
- 35 - preparar una suspensión de fibras vegetales y cargas minerales en agua, la proporción de peso entre las fibras vegetales y las cargas minerales estando comprendida entre 99/1 y 2/98, de forma ventajosa entre 95/5 y 15/85,  
- refinar esta suspensión.
- 45 9. El método de acuerdo con la reivindicación 8, *caracterizado* por que las fibras vegetales se tratan por vía enzimática antes de la etapa de refinado.
- 50 10. El método de acuerdo con la reivindicación 9, *caracterizado* por que cargas minerales se introducen antes del tratamiento enzimático.
- 45 11. El método de acuerdo con una de las reivindicaciones 9 a 10, *caracterizado* por que cargas minerales se introducen entre el tratamiento enzimático y el refinado.
- 50 12. El método de acuerdo con una de las reivindicaciones 9 a 11, *caracterizado* por que el método tiene una entrada de energía total entre 200 y 2000 kW.h por tonelada de fibras vegetales y cargas minerales, preferentemente entre 300 y 900 kW.h por tonelada, más preferentemente entre 400 y 700 kW.h por tonelada.
- 55 13. El método de acuerdo con una de las reivindicaciones 8 a 12, *caracterizado* por que comprende una etapa de fraccionamiento antes del refinado.
- 55 14. El método de acuerdo con una de las reivindicaciones 9 a 13, *caracterizado* por que comprende una etapa de fraccionamiento seguida de una etapa de tratamiento enzimático, antes del refinado.

1/1

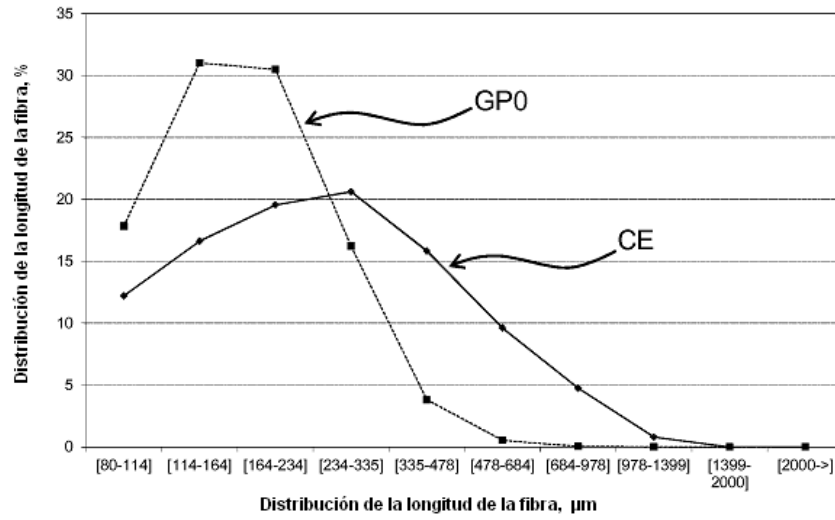


Fig. 1

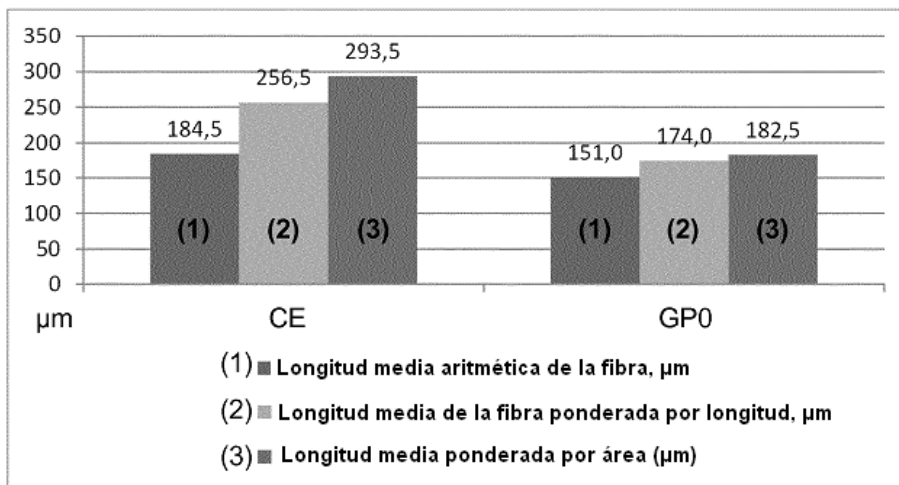


Fig. 2