

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 745 330**

51 Int. Cl.:

D21H 11/18 (2006.01)

D21H 17/25 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.04.2015 PCT/FI2015/050289**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.11.2015 WO15166141**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.04.2015 E 15721286 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.06.2019 EP 3137679**

54 Título: **Método para producir una suspensión de microfibras de celulosa, microfibras de celulosa y su uso**

30 Prioridad:

28.04.2014 FI 20145390

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

28.02.2020

73 Titular/es:

**KEMIRA OYJ (100.0%)
Energiakatu 4
00180 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**LILLANDT, MARCUS y
LUNDIN, TOM**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 745 330 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 para producir una suspensión de microfibras de celulosa, microfibras de celulosa y su uso

La presente invención se refiere a un método para producir una suspensión de microfibras de celulosa según los preámbulos de las reivindicaciones adjuntas.

5 Las microfibras de celulosa (por sus siglas en inglés, MFC) se producen a partir de diversas fuentes de fibras que comprenden estructuras celulósicas, tales como pasta de papel, remolacha azucarera, bagazo, cáñamo, lino, algodón, abacá, yute, capoc y cadarzo. Las microfibras de celulosa comprenden fibrillas de celulosa de nanotamaño semicristalinas liberadas que presentan una elevada proporción de longitud a anchura. Una fibrilla de celulosa de nanotamaño típica tiene una anchura de 5-60 nm y una longitud en un intervalo de decenas de nanómetros a varios micrómetros.

10 Las microfibras de celulosa se producen usando fluidificadores u homogeneizadores de alta presión, en un proceso en el que las paredes celulares de fibras que contienen celulosa se separan en láminas y se liberan las fibrillas de celulosa de nanotamaño. El proceso requiere muchísima energía, lo cual aumenta los costes de producción de las microfibras de celulosa. Además, los fluidificadores y los homogeneizadores se obturan con facilidad con las fibras naturales que comprenden estructuras celulósicas. Para minimizar estos inconvenientes, las fibras naturales se pretratan antes de ser homogeneizadas, por ejemplo, usando diversos tratamientos mecánicos/enzimáticos, oxidación, introducción de cargas a través de carboximetilación, etc. Se analiza la producción de microfibras de celulosa, por ejemplo, en Ankerfors, M., "Microfibrillated cellulose: Energy efficient preparation techniques and key properties", tesis de licenciatura, KTH Royal Institute of Technology, Estocolmo, Suecia, 2012.

15 El interés por las microfibras de celulosa ha aumentado durante los últimos años, puesto que el material ha mostrado un potencial prometedor en una diversidad de aplicaciones, por ejemplo, en el procesamiento de alimentos o para su uso en productos alimentarios, productos farmacéuticos o materiales avanzadas, que comprenden materiales metálicos, cerámicos, poliméricos, cementosos y leñosos y diversas composiciones de estos materiales. Por consiguiente, son necesarios métodos eficaces y baratos para producir microfibras de celulosa.

25 El documento WO 2010/092239 describe un método para producir nanofibras de celulosa. En el método, un material celulósico se conforma en una suspensión de fibras, un derivado de celulosa o un polisacárido se adsorbe sobre las fibras en dicha suspensión bajo condiciones especiales, y el derivado de la suspensión de fibras obtenido se somete a una disgregación mecánica, por la cual se obtienen nanofibras de celulosa modificadas. Las nanofibras de celulosa modificadas obtenidas comprenden el derivado de celulosa o el polisacárido que está adsorbido sobre las fibras, y las modificaciones adsorbidas no pueden separarse del producto obtenido.

30 El documento US 2005/0272836 describe celulosa dispersable en agua y su proceso de producción. En el proceso, una dispersión acuosa de las partículas fibrosas de celulosa se somete a un acortamiento de las fibras y a una micronización, y la dispersión acuosa se trata mediante un homogeneizador de alta presión.

35 El documento WO 2007/001229 describe un método para preparar microfibras de polisacáridos, en el que el método comprende tratar un polisacárido en una suspensión acuosa que comprende un oxidante y al menos un metal de transición, y separar el polisacárido en láminas de modo mecánico.

40 El documento WO 2009/126106 describe un método para proporcionar una nanocelulosa que implica modificar fibras de celulosa. El método incluye una primera modificación del material de celulosa, en la que las fibras se tratan con una disolución acuosa que contiene electrolitos de un derivado de celulosa anfótero, tras lo cual, a la modificación le sigue un tratamiento mecánico.

Un objeto de esta invención consiste en minimizar o incluso eliminar las desventajas existentes en la técnica anterior.

Un objeto de la presente invención consiste en proporcionar un método sencillo para producir microfibras de celulosa, que pueden purificarse con facilidad.

45 Otro objeto de la invención consiste en proporcionar nanocelulosa pura, que está exenta de modificadores del proceso.

Estos objetos se logran con un método y una disposición que tienen las características presentadas a continuación en las partes caracterizadoras de las reivindicaciones independientes.

50 Un método típico para producir una suspensión de microfibras de celulosa es definido en la reivindicación 1, y comprende al menos las siguientes etapas:

- obtener una suspensión acuosa de fibras de celulosa naturales,
- añadir un aditivo que consiste en al menos un polímero natural a la suspensión de fibras de celulosa naturales,

- introducir la mezcla obtenida que comprende las fibras de celulosa naturales y el aditivo en un homogeneizador o un fluidificador, y

- obtener la suspensión de microfibras de celulosa.

Las microfibras de celulosa se obtienen usando el método según la presente invención.

- 5 El uso típico de las microfibras de celulosa es para aplicaciones de perforaciones petrolíferas y para minería, para la fabricación de alimentos, en productos alimentarios, cosméticos y/o productos farmacéuticos.

Generalmente, las microfibras de celulosa se usan para el control de la reología, para aplicaciones estructurales y/o para la fabricación de productos de pasta de papel y de papel.

- 10 Ahora se ha descubierto, de modo sorprendente, que es posible producir microfibras de celulosa en un homogeneizador o un fluidificador sin problemas de obturación simplemente añadiendo un aditivo que consiste en al menos un polímero natural a la suspensión acuosa de las fibras de celulosa naturales antes de introducir la suspensión en el homogeneizador o el fluidificador. No es necesario un pretratamiento de las fibras de celulosa naturales, lo cual provoca que el proceso sea eficaz y barato, también a gran escala industrial. Además, el polímero natural no se une o adsorbe irrevocablemente a las fibras de celulosa ni a las microfibras de celulosa producidas. Esto significa que el
- 15 polímero natural puede retirarse de las microfibras de celulosa producidas, por ejemplo, mediante un lavado. Además, puesto que el proceso emplea solo disoluciones acuosas sin aditivos químicos, por ejemplo, disolventes orgánicos, las microfibras de celulosa producidas son adecuadas para usos que demandan una pureza elevada, por ejemplo, en la producción de productos alimentarios o farmacéuticos. Por tanto, la presente invención proporciona un método sencillo para producir microfibras de celulosa puras de una manera barata.

- 20 En el contexto de la presente solicitud, la expresión "fibras de celulosa naturales" indica fibras de celulosa que se originan de un material vegetal inicial, concretamente material vegetal de gimnospermas y angiospermas, tal como madera, remolacha azucarera, bagazo, patatas, zanahorias, sisal, cáñamo, lino, abacá, yute, capoc, algodón o paja de trigo. Las fibras de celulosa naturales se fabrican usando procesos de formación de pasta de papel convencionales. Si se desea, las fibras de celulosa pueden lavarse, blanquearse y/o secarse antes de ser
- 25 empleadas para la producción de microfibras de celulosa mediante homogeneización o fluidificación, pero, por lo demás, no se refinan, no se tratan, no se hidrolizan, no se oxidan, no se acondicionan, no se injertan y/o no se modifican de modo químico, enzimático y mecánico después de la producción de la pasta de fibra de celulosa. Por ejemplo, las fibras de pulpa de celulosa absorbentes ("fluff") se excluyen de las fibras de celulosa naturales.

- 30 Según una realización preferida de la invención, la suspensión acuosa de fibras de celulosa naturales comprende principalmente agua como la fase líquida. La fase líquida de la suspensión acuosa comprende >70% en peso, preferiblemente >85% en peso de agua, y el contenido en agua generalmente se encuentra en el intervalo de 70-100% en peso, más generalmente 85-100% en peso, aún más generalmente 90-100% en peso, a veces incluso 97-100% en peso de la fase líquida. Preferiblemente, la suspensión acuosa de fibras de celulosa naturales no contiene líquidos orgánicos. Según una realización, la suspensión acuosa de fibras de celulosa naturales se obtiene
- 35 suspendiendo las fibras de celulosa naturales en agua.

- Las microfibras de celulosa se usan como sinónimo de las expresiones "microfibrillas de celulosa", "celulosa microfibrilar", y "nanofibras de celulosa". En el contexto de la presente solicitud, la expresión "microfibras de celulosa" se entiende como estructuras de fibrillas celulósicas semicristalinas liberadas o como haces liberados de
- 40 fibrillas de celulosa de nanotamaño. Las microfibras de celulosa tienen un diámetro de 2-60 nm, preferiblemente 4-50 nm, más preferiblemente 5-40 nm, y una longitud de varios micrómetros, preferiblemente menos de 500 µm, más preferiblemente 2-200 µm, aún más preferiblemente 10-100 µm, lo más preferiblemente 10-60 µm. Las microfibras de celulosa a menudo comprenden haces de 10-50 microfibras. Las microfibras de celulosa pueden presentar un alto grado de cristalinidad y un alto grado de polimerización, por ejemplo, el grado de polimerización ("degree of polymerisation", DP), es decir, el número de unidades monoméricas en un polímero, puede ser de 100-3000.
- 45 Además, las microfibras de celulosa pueden presentar, en forma de suspensión, un alto módulo elástico, por ejemplo, en el intervalo de 10-10⁵ Pa.

- Según una realización preferida, las fibras de celulosa naturales que se originan de madera dura se emplean para producir la suspensión de microfibras de celulosa. Las fibras de celulosa naturales pueden o no blanquearse. Las
- 50 fibras de celulosa naturales pueden seleccionarse de fibras de abedul, fibras de eucalipto, fibras de acacia, fibras de álamo temblón, fibras de arce, fibras de álamo blanco, fibras de algarrobo o cualquiera de sus mezclas. Según una realización especialmente preferida, las fibras de celulosa naturales son fibras de abedul blanqueadas.

- El aditivo, que se añade a la suspensión de fibras de celulosa naturales antes de la homogeneización o la fluidificación, comprende al menos un polímero natural. La expresión "polímero natural" significa en la presente un compuesto o material polimérico que se origina de un material no petrolífero que aparece en la naturaleza. Dicho
- 55 al menos un polímero natural en el aditivo se selecciona del grupo que consiste en carboximetilcelulosa (CMC), metilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, almidón, carragenano, goma de algarrobilla, goma de tamarindo, quitosano, quitina, goma de guar, derivados celulósicos, tales como nanofibras de celulosa, y cualquiera de sus mezclas. Según una realización preferida, el aditivo consiste en un polímero natural que es almidón y/o carboximetilcelulosa.

Preferiblemente, el polímero natural en el aditivo es carboximetilcelulosa. El polímero natural, que se emplea como aditivo, es preferiblemente soluble en agua y puede ser catiónico, aniónico o anfótero. Según una realización de la invención, el polímero natural en el aditivo usado es almidón catiónico.

5 El aditivo puede comprender dos o más polímeros naturales diferentes. En el caso de utilizar dos o más polímeros naturales, estos pueden añadirse a la suspensión de fibras de celulosa naturales por separado, pero al mismo tiempo, o pueden mezclarse entre sí para formar un único aditivo, que se añade a la suspensión de fibras de celulosa naturales.

10 El polímero natural puede añadirse en una cantidad del 2-75% en peso, preferiblemente 5-60% en peso, más preferiblemente 7-50% en peso, aún más preferiblemente 10-30% en peso, calculado a partir del peso del contenido en sólidos secos totales de la suspensión de fibras de celulosa naturales. Según una realización preferida, el aditivo se añade en una cantidad de modo que el polímero o polímeros naturales puedan añadirse en una cantidad del 15-75% en peso, preferiblemente 17-60% en peso, más preferiblemente 20-50% en peso, aún más preferiblemente 23-30% en peso, calculado a partir del peso del contenido en sólidos secos totales de la suspensión de fibras de celulosa naturales.

15 Según la invención, el aditivo consiste únicamente en uno o más polímeros naturales, sin ningún otro producto químico. El aditivo no contiene electrolitos que comprenden cationes monovalentes y/o polivalentes.

20 Según una realización preferida de la invención, el aditivo que consiste en al menos un polímero natural se añade a la suspensión de fibras de celulosa naturales a una temperatura <160 °C, preferiblemente <80 °C, más preferiblemente <60 °C, aún más preferiblemente <30 °C. Durante la adición, la temperatura puede estar en el intervalo de 5-160 °C o 5-80 °C, preferiblemente 10-60 °C, más preferiblemente 15-35 °C, aún más preferiblemente 15-30 °C. Por tanto, no es necesario calentar la suspensión de fibras de celulosa, lo cual reduce el consumo de energía del proceso y hace que sea más fácil de realizar, también a gran escala.

25 El tiempo entre la adición del aditivo a la suspensión de fibras de celulosa naturales y la introducción de la mezcla de fibras de celulosa naturales y aditivo en el homogeneizador o el fluidificador puede ser <1500 min, preferiblemente <30 min, más preferiblemente <15 min, aún más preferiblemente <5 min.

30 No se produce adsorción del polímero natural del aditivo sobre las fibras de celulosa naturales ni ninguna unión permanente entre la fibra de celulosa natural y el polímero natural. Esto significa que no es necesario un tiempo de reacción específico entre la adición del aditivo a la suspensión de fibras de celulosa naturales y el procesamiento de la mezcla en el homogeneizador o el fluidificador. Según la invención, la mezcla de fibras de celulosa naturales y el aditivo se introduce inmediata y directamente en el homogeneizador o fluidificador después de la adición del aditivo a la suspensión de fibras de celulosa naturales.

35 La mezcla de fibras de celulosa naturales y el aditivo puede introducirse en el homogeneizador o fluidificador a una consistencia de introducción del 1-50% en peso, preferiblemente 1-30% en peso, más preferiblemente 2-20% en peso, aún más preferiblemente 3-15% en peso, a veces incluso 5-15% en peso, calculado como sólidos secos. La elevada consistencia de introducción permite la producción de microfibras de celulosa redispersables con alta consistencia, lo cual reduce la necesidad de secar las microfibras de celulosa después de su producción mediante homogeneización o fluidificación. Las microfibras de celulosa producidas de esta manera pueden dispersarse en agua y pueden utilizarse de forma adecuada en diversas aplicaciones descritas a continuación.

40 Pueden usarse todos los homogeneizadores y fluidificadores disponibles, tales como el microfluidificador u homogeneizador Gaulin. La homogeneización o la fluidificación pueden realizarse bajo la influencia de una diferencia de presión. Durante la homogeneización o la fluidificación, la mezcla que comprende fibras de celulosa naturales se somete a una alta presión de 500-2100 bares. Por ejemplo, en la homogeneización, la mezcla que comprende las fibras de celulosa naturales y el aditivo puede bombearse a alta presión, tal como se definió anteriormente, e introducirse a través de un ensamblaje de válvula accionada por un muelle. Las fibras de celulosa naturales en la mezcla se someten a una gran disminución de presión bajo elevadas fuerzas de cizallamiento. Esto conduce a la fibrilación de las fibras de celulosa naturales. Como alternativa, en la fluidificación y la homogeneización, la mezcla que comprende fibras de celulosa naturales y el aditivo se hace pasar a través de canales con forma de Z a alta presión, tal como se definió anteriormente. El diámetro del canal puede ser de 200-400 µm. Por tanto, la velocidad de cizallamiento que se aplica a las fibras de celulosa naturales en la mezcla es alta, y provoca la formación de microfibras de celulosa. Independientemente del procedimiento, es decir, homogeneización o fluidificación, que se emplee para producir las microfibras de celulosa, el procedimiento puede repetirse en varias pasadas hasta que se obtiene el grado de fibrilación deseado.

55 Las microfibras de celulosa producidas pueden tener un contenido en sólidos en el intervalo del 1-50% en peso, preferiblemente 1-30% en peso, más preferiblemente 2-20% en peso, aún más preferiblemente 3-15% en peso, a veces incluso 5-15% en peso, calculado como sólidos secos. Las microfibras de celulosa obtenidas están en forma de fibrillas, una suspensión o un gel estable. Las microfibras de celulosa no contienen líquidos orgánicos, concretamente, disolventes orgánicos.

Las microfibras de celulosa producidas comprenden electrolitos inorgánicos adsorbidos en preferiblemente menos

de 4 mg/g de microfibras de celulosa secas, más preferiblemente 2 mg/g de microfibras de celulosa secas. La cantidad de electrolitos se determina a partir de las microfibras de celulosa directa e inmediatamente después de su producción, sin que exista ninguna etapa de lavado intermedia entre la producción y la determinación. Esto significa que es posible producir microfibras de celulosa que comprenden cantidades mínimas de cationes inorgánicos, tales como calcio.

Según una realización de la invención, el aditivo, es decir, el polímero o polímeros naturales, se retira de la suspensión de microfibras de celulosa producida. La retirada puede realizarse, por ejemplo, mediante un lavado con agua. De esta manera, es posible obtener microfibras de celulosa que son adecuadas incluso en usos en los que se requiere una alta pureza.

Las microfibras de celulosa, que se producen usando el método descrito, pueden usarse, por ejemplo, como modificadores de la viscosidad en aplicaciones de perforaciones petrolíferas y para minería. Además, pueden utilizarse en la producción de productos alimentarios, cosméticos y/o productos farmacéuticos como aditivo/agente interfacial, aditivo/agente tensioactivo, aditivo/agente de liberación, aditivo/agente portador o aditivo/agente estructural. Pueden usarse para el control de la dispersión o la suspensión, como agente dispersante, estabilizante o de reología. Pueden emplearse como parte de un agente de reología fluido de uno, dos o múltiples componentes. Por ejemplo, pueden usarse para el control de la reología, para aplicaciones estructurales y/o para la fabricación de productos de pasta de papel y de papel. También pueden emplearse para la fabricación de estructuras sólidas, tales como películas transparentes, o como un aditivo alimentario no calórico.

Según una realización preferida, las microfibras de celulosa, que se producen usando el método descrito, se emplean en la producción de pasta de papel, papel y/o cartón como carga, aditivo de refuerzo, revestimiento o agente de barrera. Según una realización de la invención, las microfibras de celulosa se emplean para la producción de las capas externas o internas de cartones de múltiples capas.

Parte experimental

Algunas realizaciones de la invención se describen más a fondo en los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplo 1

Se llevó a cabo la homogeneización de cuatro muestras de suspensiones diferentes para producir microfibras de celulosa.

Se usó una pasta de papel Kraft de abedul del mercado en las muestras 2, 3 y 4, y carboximetilcelulosa, CMC, Finnfix 300 suministrada por CP Kelco, en las muestras 1, 2 y 4.

La muestra 1 comprende celulosa microcristalina, MCC, y CMC en una proporción 1:1, y el contenido en sólidos secos de la suspensión es del 1,5% en peso.

La muestra 2 comprende pasta de papel Kraft de abedul y CMC en una proporción 1:1, y el contenido en sólidos secos de la suspensión es del 1,5% en peso.

La muestra 3 comprende pasta de papel Kraft de abedul al 100%, y el contenido en sólidos secos de la suspensión es del 0,7% en peso.

La muestra 4 comprende pasta de papel Kraft de abedul y CMC en una proporción 1:1, y el contenido en sólidos secos de la suspensión es del 1,4% en peso.

Las muestras se dispersaron en agua usando un Ultraturrax. Después, las muestras se homogeneizaron en un homogeneizador Ariete NS3006 a 1000 bares.

La fibrilación de las muestras se caracterizó mediante transmitancia de luz a la longitud de onda de 800 nm, que se sabe que se correlaciona con cambios en el grado de fibrilación. La transmitancia de luz se midió con un espectrofotómetro Perkin Elmer Lambda 900 UVA/IS/NIR a partir de una muestra homogeneizada diluida hasta 0,1% en peso para las muestras 1, 2 y 3, y hasta 0,2% en peso para la muestra 4. Los resultados se muestran en la tabla 1. Se compararon las longitudes de onda de transmitancia de 400 nm, 600 nm, 800 nm y 1000 nm.

La disminución en la transmitancia de luz después de la primera pasada es debida a la formación de fibrillas grandes y la liberación de los finos iniciales. Más allá de dos pasadas, los valores de transmitancia se estabilizaron o aumentaron ligeramente, lo cual indica la formación de microfibras de celulosa. A partir de la tabla 1 puede observarse que las muestras 2 y 4 produjeron unas transmitancias significativamente más altas después de dos pasadas, cuando se comparan con la muestra 1. Esto indica una mejor fibrilación de las muestras 2 y 4. Estos resultados también fueron confirmados por los datos en las figuras 1 y 2. La figura 1 representa una fotografía de microscopía electrónica de la muestra 2 después de 3 pasadas, con un alto grado de fibrilación. En la figura 2 se muestra una fotografía de microscopía electrónica de la muestra 1 después de 3 pasadas. Es evidente que el grado de fibrilación de la figura 2 (muestra 1) es menor que en la figura 1 (muestra 2).

A partir de los datos de transmitancia en la tabla 1, es evidente que no se ha producido una fibrilación significativa de la pasta de papel de abedul al 0,7% en peso sin adición de CMC en la muestra 3.

Ejemplo 2

5 Se preparó una curva de calibración preparando disoluciones acuosas que comprenden diferentes cantidades de carboximetilcelulosa (CMC) y midiendo la carga ($\mu\text{eq/l}$) de la disolución como una función de la concentración de CMC (g/l).

10 La muestra de referencia se preparó lavando en primer lugar una muestra de pasta de papel con agua desionizada. Después se preparó una suspensión con una consistencia de pasta de papel de 30 g/l que contenía CaCl_2 0,05 M y NaHCO_3 0,01 M y se calentó hasta 75-80 °C. Se añadieron 20 mg de carboximetilcelulosa por gramo de pasta de papel (o.d.). El pH se ajustó a pH 7,5-8 con NaOH 1 M. La suspensión se mezcló durante 2 h a 75-80 °C, y se homogeneizó en un fluidificador. Se obtuvo una suspensión con una consistencia del 2%.

15 La muestra según la invención se preparó usando una suspensión de pasta de papel con la misma consistencia que la muestra de referencia. Se añadió a la suspensión la misma cantidad de carboximetilcelulosa (CMC) que en la muestra de referencia a temperatura ambiente justo antes de la homogeneización. Se obtuvo una suspensión con una consistencia del 2%.

Después de la homogeneización, las muestras de suspensiones de nanocelulosa obtenidas se filtraron o se centrifugaron. Se determinó la carga de la fase líquida, y se calculó la cantidad de CMC liberada basándose en la curva de calibración. Los resultados se muestran en la tabla 2.

20 Los valores en porcentaje procedentes de las muestras según la invención son >100% porque algunas cargas se liberan de la fibras como consecuencia de la homogeneización. Sin embargo, puede observarse a partir de la tabla 2 que, en la práctica, toda la CMC es retirada de las fibras. En las muestras de referencia, aproximadamente 75% de la CMC permanece adsorbida sobre las fibras.

Tabla 1. Datos de transmitancia de luz de diferentes muestras de suspensiones, que indican el grado de fibrilación en la muestra.

| Muestra | % en peso | Transmitancia, % | | | |
|--------------|-----------|----------------------|---------|---------|---------|
| | | longitud de onda, nm | | | |
| | | 400 | 600 | 800 | 1000 |
| n.º 1 | 1,5 | 20,5445 | 27,864 | 34,163 | 39,8385 |
| Pasada 1 | 1,5 | 11,6975 | 18,4105 | 24,269 | 29,181 |
| Pasada 2 | 1,5 | 7,148 | 12,8125 | 18,571 | 242815 |
| Pasada 3 | 1,5 | 6,5435 | 12,268 | 18,2895 | 23,851 |
| Pasada 5 | 1,5 | 6,8605 | 13,414 | 20,598 | 27,684 |
| n.º 2 | 1,5 | 52,2645 | 57,754 | 60,3255 | 61,9025 |
| Pasada 1 | 1,5 | 48,8625 | 52,5195 | 56,707 | 54,9245 |
| Pasada 2 | 1,5 | 41,7765 | 44,445 | 47,718 | 50,0245 |
| Pasada 3 | 1,5 | 42,625 | 47,995 | 52,4135 | 53,296 |
| Pasada 5 | 1,5 | 42,8625 | 51,993 | 56,0035 | 58,6085 |
| n.º 3 | 0,7 | 39,279 | 40,95 | 42,782 | 42,751 |
| Pasada 1 | 0,7 | 34,149 | 38,214 | 40,516 | 42,048 |
| Pasada 2 | 0,7 | 27,458 | 32,354 | 35,095 | 36,756 |
| Pasada 3 | 0,7 | 24,965 | 30,451 | 33,573 | 35,499 |
| Pasada 5 | 0,7 | 15,223 | 23,607 | 29,405 | 33,539 |
| n.º 4 | 1,4 | 60,719 | 64,135 | 62,044 | 64,436 |

ES 2 745 330 T3

| | | | | | |
|----------|-----|--------|--------|--------|--------|
| Pasada 1 | 1,4 | 50,961 | 54,961 | 59,14 | 61,855 |
| Pasada 2 | 1,4 | 48,372 | 53,71 | 57,194 | 60,272 |
| Pasada 3 | 1,4 | 50,492 | 56,33 | 58,119 | 59,304 |
| Pasada 5 | 1,4 | 33,662 | 43,437 | 49,341 | 52505 |

Tabla 2. Resultados del ejemplo 2

| Muestra | Eliminación del agua de la muestra | Consistencia [%] | CMC añadida [g/l] | CaCl ₂ [M] | NaHCO ₃ [M] | Carga [μeq/l] | CMC retirada [%] |
|--------------------------|------------------------------------|------------------|-------------------|-----------------------|------------------------|---------------|------------------|
| Invencción (fibra + CMC) | centrifugada | 2 | 1 | — | — | -3961,1 | 106 |
| Invencción (fibra + CMC) | filtrada | 2 | 1 | — | — | -3831,6 | 103 |
| Referencia | centrifugada | 2 | 1 | 0,05 | 0,01 | -1412,7 | 38 |
| Referencia | filtrada | 2 | 1 | 0,05 | 0,01 | -1310,9 | 35 |

REIVINDICACIONES

- 1.- Un método para producir una suspensión de microfibras de celulosa que tienen un diámetro de 2-60 nm y una longitud menor que 500 µm, que comprende al menos las siguientes etapas:
- obtener una suspensión acuosa de fibras de celulosa naturales,
- 5
- añadir a la suspensión de fibras de celulosa naturales un aditivo, que consiste en al menos un polímero natural seleccionado de carboximetilcelulosa (CMC), metilcelulosa, hidroxipropilcelulosa, almidón, carragenano, goma de algarroilla, goma de tamarindo, quitosano, quitina, goma de guar, derivados celulósicos, tales como nanofibras de celulosa, y cualquiera de sus mezclas,
- 10
- introducir la mezcla obtenida que consiste en fibras de celulosa naturales y el aditivo directamente en un homogeneizador o un fluidificador después de la adición del aditivo a la suspensión de fibras de celulosa naturales, y
 - obtener una suspensión de microfibras de celulosa.
- 2.- Un método según la reivindicación 1, que se caracteriza por la adición del aditivo en una cantidad de modo que el polímero o polímeros naturales se añaden a la suspensión acuosa de fibras de celulosa naturales en una cantidad del 2-75% en peso, preferiblemente 5-60% en peso, más preferiblemente 7-50% en peso, aún más preferiblemente 10-30% en peso, calculado a partir del peso del contenido en sólidos secos totales.
- 15
- 3.- Un método según la reivindicación 1, que se caracteriza por la adición del aditivo en una cantidad de modo que el polímero o polímeros naturales se añaden a la suspensión acuosa de fibras de celulosa naturales en una cantidad del 15-75% en peso, preferiblemente 17-60% en peso, más preferiblemente 20-50% en peso, aún más preferiblemente 23-30% en peso, calculado a partir del peso del contenido en sólidos secos totales de la suspensión de fibras de celulosa naturales.
- 20
- 4.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que se caracteriza porque el aditivo puede comprender dos o más polímeros naturales diferentes.
- 5.- Un método según la reivindicación 1, que se caracteriza porque el aditivo comprende almidón y/o carboximetilcelulosa.
- 25
- 6.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1 a 5, que se caracteriza porque el aditivo se retira de la suspensión de microfibras de celulosa producida.
- 7.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que se caracteriza por la introducción de la mezcla de fibras de celulosa naturales y el aditivo en el homogeneizador o el fluidificador a una consistencia de introducción del 1-50% en peso, preferiblemente 1-30% en peso, más preferiblemente 2-20% en peso, aún más preferiblemente 3-15% en peso, calculado como sólidos secos.
- 30
- 8.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que se caracteriza porque las fibras de celulosa naturales se originan de madera dura.
- 9.- Un método según la reivindicación 8, que se caracteriza porque las fibras de celulosa naturales están blanqueadas o no blanqueadas, y se seleccionan de fibras de abedul, fibras de eucalipto, fibras de acacia, fibras de álamo temblón, fibras de álamo blanco, fibras de algarrobo, fibras de arce o cualquiera de sus mezclas, preferiblemente fibras de abedul blanqueadas.
- 35
- 10.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que se caracteriza por la adición del aditivo a la suspensión de fibras de celulosa naturales a una temperatura <160 °C, preferiblemente <80 °C, más preferiblemente <60 °C, aún más preferiblemente en el intervalo de 15-35 °C.
- 40
- 11.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, que se caracteriza porque la homogeneización o la fluidificación se realiza bajo la influencia de una diferencia de presión.
- 12.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, que se caracteriza porque la suspensión acuosa de las fibras de celulosa naturales no contiene líquidos orgánicos.
- 45
- 13.- Un método según la reivindicación 1, que se caracteriza porque las microfibras de celulosa obtenidas tienen un contenido en sólidos en el intervalo del 1-50% en peso, preferiblemente 1-30% en peso, más preferiblemente 2-20% en peso, aún más preferiblemente 3-15% en peso, calculado como sólidos secos, y porque están en forma de un gel estable.

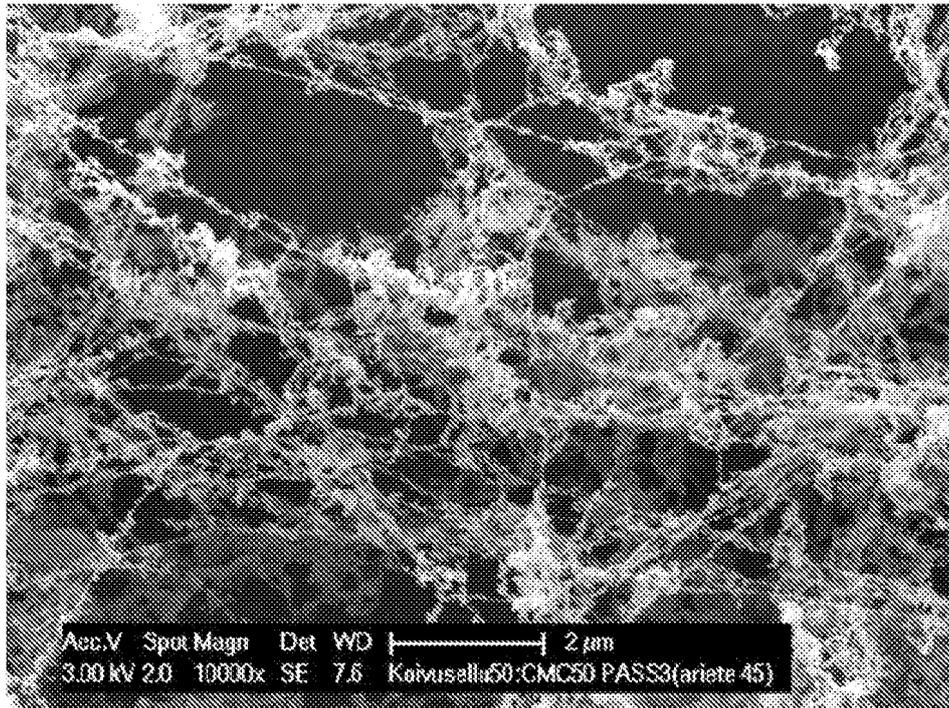


Fig. 1

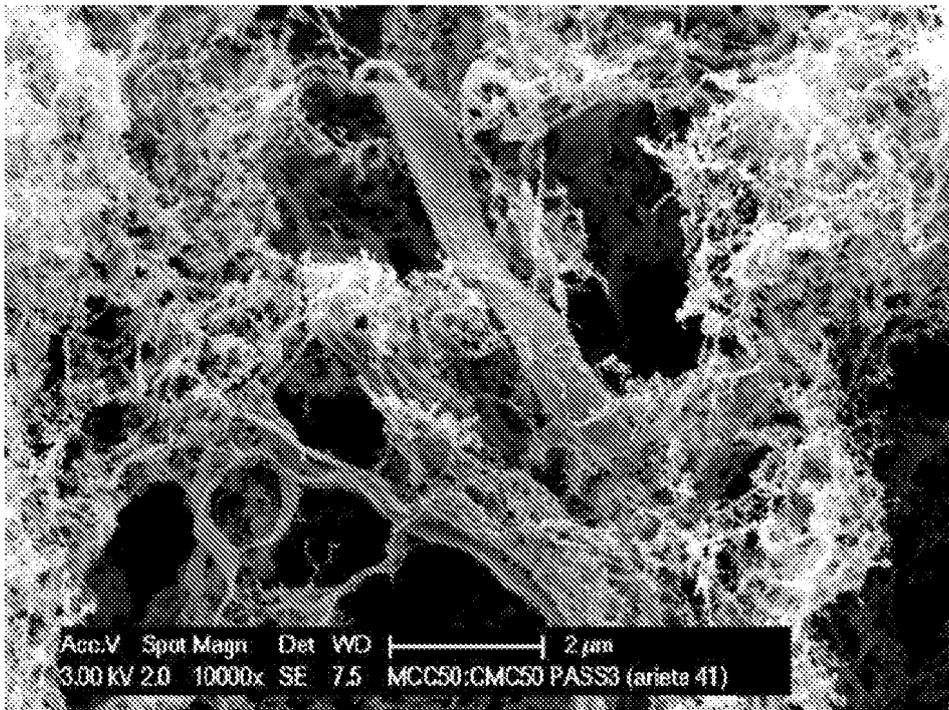


Fig. 2