

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 85 530

REQUERENTE: CONGOLEUM CORPORATION, norte-americana, (Estado de Delaware), Estados Unidos da América do Norte, com sede em 195 Belgrove Drive, Kearny, New Jersey 07032, Estados Unidos da América do Norte.

EPÍGRAFE: "MATERIAIS COMPÓSITO E PROCESSO PARA A SUA FABRICAÇÃO".

INVENTORES: Reginald Eugene Grose, Joseph Allen Fowler, Anthony Niel Piacente, Robert Walter Bunner, William J. Bailey, John Douglas Pearson e Philip Albert Jackey

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4.º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883. Estados Unidos da América do Norte em 13 de Agosto de 1986, sob o nº 896,423.

P. L. 12085.530 4

CONGOLEUM CORPORATION

" MATERIAIS COMPÓSITOS E PROCESSO PARA A SUA FABRICAÇÃO "

CAMPO TÉCNICO

A presente invenção refere-se a materiais compósitos, não tecidos e fibrosos, com a forma de folhas, que são particularmente utilizáveis como forro de suporte e entretelas de laminados para a cobertura de superfícies. Descreve-se também um processo para a produção destas folhas e destes laminados.

Fundamento da invenção

São conhecidas desde há muitos anos as coberturas de superfícies de laminados para paredes, tectos, pavimentos e mobiliário, tais como tampos de balcões, de mesas e de secretárias. Estas coberturas são tipicamente formadas por cloreto de polivinilo, como homopolímero ou copolímero, ou outros materiais resinosos, tais como poliuretano. Para aumentar a resistência mecânica das resinas durante o processamento e no produto final, tais coberturas de superfícies incorporam geralmente um forro de suporte ou entretela fibrosos. O material fibroso utilizado durante muitos anos tem sido o asbesto, que estabeleceu uma norma relativamente à estabilidade dimensional, à resistência e a outras propriedades químicas, incluindo a capacidade de manter a estabilidade dimensional numa vasta gama de condições de temperatura e de humidade. Porém o asbesto tem estado ligado a sérios perigos para a saúde e o seu uso tem sido banido e severamente

limitado em muitos países.

Tem sido sugerida uma longa lista de materiais fibrosos para serem usados isoladamente ou em combinação, num esforço para substituir o asbesto nas folhas de forro de suporte e entretela para este fim. Entre as várias fibras têm-se incluído poliolefinas, poliésteres, poliamidas ou similares, isoladas ou em combinação com fibras minerais, tais como vidro e pasta de madeira, bem como outras fibras celulósicas.

A utilização de fibras celulósicas, tais como polpa de madeira, como componente fibroso único, nos laminados e folhas de forro de suporte, tem também sido sugerida. Porém, as folhas que incorporam apenas fibras de celulose estão tipicamente sujeitas a uma acentuada expansão pela humidade, ou higroexpansividade. O produto resultante é muitas vezes dimensionalmente instável, verificando-se com frequência o aumento de volume na folha e em qualquer cobertura de superfície laminada na qual se incorpore a referida folha. Também se verificará uma ondulação marcada junto dos bordos do laminado e o empenamento entre as margens laterais, dando muitas vezes origem à delaminação da folha de forro de suporte da cobertura de superfícies.

Para ilustrar o significado da estabilidade dimensional, as coberturas de superfícies têm de ser apropriadas para utilização numa ampla variedade de condições climáticas, particularmente de humidade e temperatura. Estas coberturas de superfície são aplicadas a paredes, pavimentos e outros substratos, usando adesivos. O alinhamento e o encosto de segmentos contíguos da cobertura da superfície têm que ficar correctos depois da aplicação. A dilatação ou a contracção excessivas da folha de forro de suporte podem conduzir à delaminação da cobertura da superfície, que é tipicamente uma camada de vinilo estável. Em casos extremos isso po

de conduzir à separação do laminado da superfície do pavimento ou da parede em que se applicou o laminado.

Será particularmente útil um processo em que possa utilizar-se um aparelho normalizado de fabrico de papel para a manufatura de um material para ser usado como folha de forro de suporte ou entretela que seja substancialmente estável dimensionalmente e substancialmente resistente à delaminação. Se, além disso, o material apresentar uma ligação interna elevada e não se tornar quebradiço e, ainda, apresentar propriedades físicas de um material que incorpora fibras de asbesto, isso representará um significativo passo em frente na técnica.

Como atrás se salientou, em muitas referências tem sido sugerido o uso de fibras de vidro em folhas compósitas deste tipo. Porém o processamento de tais fibras de vidro tem-se mostrado difícil. As fibras de vidro, na sua forma comercial comum, contêm alguma humidade residual, tendem a aglomerar-se e, depois da dispersão, tendem a reaglomerar-se, mesmo que submetidas a uma agitação.

Uma solução para este problema tem sido adicionar essas fibras apenas depois de terem sido previamente reduzidas a pasta, com água, numa operação separada. A patente de invenção norte americana Nº4609 431 descreve a formação da pasta de fibras de vidro fora da linha de fabrico, sendo depois as mesmas combinadas e misturadas com os outros ingredientes.

Várias referências indicam a adição directa das fibras de vidro, ou pelo menos infere-se que há adição directa, por insuficiência da descrição. Por exemplo a patente de invenção norte-americana Nº 4 024 014 de Akerson, cujo objecto é um proceso para a preparação de madeira prensada, descreve a utilização

de fibras de vidro como constituinte menor entre fibras e materiais minerais. Adicionadas directamente numa pasta com uma consistência de cerca de cinco por cento, as fibras de vidro representam uma consistência parcial de não mais de um quarto por cento (0,25 %).

A " Defensive Disclosure " publicada T103903 de Campbell, em particular no Exemplo 17, mostra uma ordem de adição semelhante à da presente invenção. Ainda se adicionam fibras de vidro a uma mistura global que representa cerca de 2 a 2,5 % da consistência para uma consistência parcial de fibras de vidro de cerca de 0,18 %.

A patente de invenção norte-americana Nº 4 225 383 de McReynolds, em particular nos Exemplos 63 e 64, que se referem a fibras de vidro, também mostra o que parece ser a adição directa de fibras de vidro. As fibras são adicionadas a uma mistura que tem uma consistência global de cerca de 6 %. No entanto a consistência parcial das fibras de vidro é apenas de cerca de 0,06 %. Não está presente qualquer material de enchimento na altura em que se adicionam as fibras de vidro e não se utiliza qualquer dispersante.

) A patente de invenção norte-americana Nº 4 274 916 de Grose, descreve também a adição directa da fibra de vidro. No entanto, não está presente qualquer material de enchimento na altura em que é adicionada a fibra de vidro e são usados dispersantes de outro tipo.

Objectos da presente invenção

Um objecto principal da presente invenção é proporcionar materiais não tecidos e fibrosos, sob a forma de folhas, que são utilizáveis como forros de suporte e entretelas estáveis dimen-

sionalmente para laminados para cobertura de superfícies.

Um outro objecto da presente invenção consiste em proporcionar um processo para a fabricação de materiais compósitos não tecidos e fibrosos utilizáveis como forros de suporte e entre-telas estáveis dimensionalmente para laminados de cobertura de superfícies, utilizando o referido processo aparelhos normalizados de fabrico de papel.

Outro objecto da presente invenção consiste em proporcionar o material compósito mencionado e um material que contém uma proporção relativamente elevada de fibras de vidro.

Sumário da invenção

De acordo com uma forma de realização da presente invenção, proporciona-se um processo para a fabricação de folhas compósitas não tecidas, dimensionalmente estáveis, compreendendo um aglomerante polimérico, fibras celulósicas e fibras de vidro, que compreende as fases seguinte (A) a (D), em sequência:

A) formação de uma dispersão aquosa de: i) fibras celulósicas na forma de uma polpa de madeira constituída essencialmente por fibras de madeira macia tendo uma fibrilação exterior caracterizada por uma drenagem de 260 a 600 cm^3 ("Canadian Standard Freeness") e uma fibrilação interna caracterizada por um comprimento de rotura de 4 a 12 Km, medido à temperatura ambiente, e uma densidade de cerca de 0,50 a cerca de 0,75 g/cm^3 , determinada a partir de uma Tappi Standard Handsheet e medidos de acordo com TAPPI T494 om 81 e T220 om 83, respectivamente, sendo a quantidade de polpa na referida dispersão tal que a sua consistência está compre

endida entre cerca de 0,75 e cerca de 5 %, medida a uma temperatura de cerca de 21 a 27°C (70 a 80 °F); e (ii) um agente tensioactivo solúvel na água que compreende um auxiliar de dispersão das referidas fibras de vidro numa quantidade suficiente para dispersar as referidas fibras de vidro na dita dispersão;

B) adição à referida dispersão contendo as referidas fibras celulósicas e o referido agente tensioactivo de fibras de vidro cortadas aos pedaços em uma quantidade tal que a consistência parcial das referidas fibras de vidro na referida dispersão é de cerca de 0,5 a cerca de 3,0 %, tendo as referidas fibras de vidro adicionadas um teor de água apenas residual, um comprimento médio de cerca de 2,54 mm a cerca de 17,78 mm (0,1" a 0,7") e um diâmetro de cerca de 6 micrómetros a cerca de 13 micrómetros;

C) adição à referida dispersão contendo o referido agente tensioactivo e as referidas fibras de um aglomerado orgânico, insolúvel na água, formador de películas e polimérico; e

D) formação a partir da referida dispersão aquosa de uma folha compósita seca, não tecida, estável dimensionalmente, compreendendo de cerca de 5 a cerca de 50 %, em peso, das referidas fibras celulósicas e de cerca de 5 a cerca de 25 %, em peso das referidas fibras de vidro.

Na forma preferida, inclui-se um material de enchimento na dispersão formada na fase (A) atrás descrita, isto é, o material de enchimento é adicionado antes da adição das fibras de vidro na fase (B) anterior.

De acordo com o processo segundo a presente invenção, pode produzir-se uma folha compósita aperfeiçoada que é está-

vel dimensionalmente e que contém uma proporção relativamente elevada de fibras de vidro. Por conseguinte, a presente invenção proporciona também uma folha compósita não tecida e estável dimensionalmente, caracterizada por um teor relativamente elevado de fibras de vidro e utilizável como forro de suporte ou entretela para laminados de cobertura de superfícies, compreendendo a referida folha:

a) de cerca de 5 a cerca de 50 %, em peso, de fibras de madeira macia tendo uma fibrilação exterior caracterizada como uma drenagem de cerca de 260 a 600 cm^3 ("Canadian Standard Freeness"), uma fibrilação interna caracterizada por um comprimento de rotura de 4 a 12 Km à temperatura ambiente e uma densidade de cerca de 0,50 a cerca de 0,75 g/cm^3 , determinado a partir de uma "TAPPI Standard Handsheet" e medidas de acordo com TAPPI T494 om 81 e T220 om 83, respectivamente; um comprimento médio das fibras de cerca de 1,27 mm (0,05") a cerca de 5,08 mm (0,2") e uma relação entre o comprimento e o diâmetro de cerca de 60:1 a 120:1;

b) de cerca de 5 a cerca de 25 %, em peso, de fibras de vidro cortadas em pedaços com um comprimento médio de cerca de 2,54 mm (0,1") a 17,78 mm (0,7") e um diâmetro médio de cerca de 6 a cerca de 13 micrómetros;

c) pelo menos cerca de 15 %, em peso, de material de enchimento; e

d) um aglomerado orgânico, insolúvel na água, formador de películas e polimérico.

Numa forma preferida, a folha segundo a presente invenção contém cerca de 9 a cerca de 20%, em peso, de fibras de vidro, mais preferentemente de cerca de 12,5 a cerca de 15%, em

peso, de fibras de vidro.

As excelentes propriedades das folhas preparadas segundo a presente invenção estão exemplificadas na secção de Exemplos que inclui também uma descrição pormenorizada da invenção.

Breve descrição dos desenhos

A figura é uma vista esquemática de um aparelho que ilustra o processo segundo a presente invenção.

Descrição pormenorizada da presente invenção

A presente invenção proporciona materiais compósitos sob a forma de folha, não tecidos e fibrosos que são particularmente utilizáveis como forro de suporte e entretela para laminados de cobertura de superfícies. Também, como atrás se mencionou, os compósitos são preparados a partir de:

- i) fibras celulósicas, sendo preferida a pasta de madeira macia refinada;
- ii) fibras não celulósicas, incluindo pelo menos fibras de vidro;
- iii) materiais de enchimento de preferência inorgânicos, sendo o talco o preferido;
- iv) resinas aglomerantes de latex, sendo preferidas as resinas acrílicas e borrachas de estireno-butadieno; e
- v) pelo menos um dispersante, preferindo-se as alquilaminas polioxietiladas.

Como se apresentou na referida patente de invenção norte-americana Nº 4 609 431, a atenção à refinação da pasta de ma

deira macia, medida pelo comprimento de rotura e pela densidade, pode contribuir para assegurar a resistência interna necessária para uma folha de forro de suporte ou entretela satisfatórias. Além disso, mencionou-se nessa patente de invenção o facto de a dispersão separada da fibra de vidro poder ser facilitada pela utilização de um agente tensioactivo anti-estática. Um tal agente anti-estática supõe-se que ajuda a prevenir a reaglomeração das fibras de vidro na pasta aquosa.

Determinou-se agora que a utilização de um tal agente anti-estática, juntamente com o controlo da ordem da adição dos vários materiais, permitirá a adição de fibras de vidro na sua forma comercial usual, isto é, contendo apenas humidade residual, directamente na pasta aquosa de outros materiais a um nível de consistência mais elevado do que o conhecido anteriormente.

Além disso, as formulações aqui apresentadas produzem, como se supõe, materiais compósitos que têm novidade independente relativamente à técnica actual e oferecem características de grande resistência por unidade de espessura a custos mais baixos.

Numa forma de realização preferida, os materiais compósitos segundo a presente invenção são precipitados numa pasta final a partir da qual podem ser transformados numa folha. A folha é suportada numa máquina normal de fabrico de papel num arame de moldação ou em um outro suporte, onde o líquido, que é principalmente água, é retirado por drenagem e a folha seca. Optativamente, pode depositar-se então cola numa das faces, ou nas duas, da folha resultante, de uma maneira bem conhecida nestas técnicas.

Depois de o material compósito não tecido e fibroso ter sido moldado, para desta maneira se obter uma folha, o mes-

mo pode ser usado para uma certa finalidade nessa forma e pode continuar a ser processado, por exemplo para se obter um material de cobertura de superfícies. Isso faz-se tipicamente depositando uma ou mais camadas de material polimérico, por exemplo de polímeros ou copolímeros de cloreto de polivinilo, numa ou nas duas faces da folha. Algumas destas camadas podem ser aplicadas na forma líquida, por exemplo como um plastisol, um organosol ou um látice aquoso, que é depois gelificado ou seco, ou por fusão de uma folha calandrada, ou por qualquer outro processo e, se se desejar, impresso na superfície do polímero. O produto seria então tipicamente aplicado como revestimento na superfície impressa com uma camada de desgaste resinosa transparente e aquecido para fundir as resinas.

A figura do desenho anexo é uma vista esquemática de um aparelho que ilustra o processo segundo a presente invenção. Este aparelho, com a designação global (10) inclui um certo número de depósitos de retenção e de mistura, colectivamente designados aqui por "área de preparação da matéria prima" (12), acoplada com máquinas relativamente normais de fabrico de papel e de secagem, designadas colectivamente por "extremidade húmida" (14) e "extremidade seca" (16).

Na área de preparação da matéria prima (12), introduzem-se água e pasta de madeira refinada, através da conduta de alimentação (18), a partir de um refinador apropriado (não representado), para o interior de um vaso de mistura (20), por exemplo um hidropolpador normalizado, e agita-se. A pasta de madeira deve ser constituída por fibras de polpa de madeira macia que são refinadas até um elevado grau de fibrilação interna e externa sob a forma de dispersão aquosa em um ou mais refinadores (não repre-

sentados), especialmente equipados com meios agitadores adaptados para cardar e fibrilar as fibras da polpa. Quando tratada adequadamente, a dispersão aquosa no refinador é transferida por qualquer meio, tal como uma bomba, através da conduta de alimentação (18) para o vaso de mistura (20). Para garantir a dispersão efectiva e a fibrilação, a concentração de fibras de polpa no refinador não deve ser muito elevada. Embora possa operar-se com pelo menos cerca de 0,5 %, para fins comerciais recomenda-se uma concentração de cerca de 3 % de polpa.

O termo "consistência" tal como é usado na presente memória descritiva e nas reivindicações anexas, deve considerar-se como referindo-se à proporção, em peso seco, de materiais dispersos ou dissolvidos nas dispersões ou soluções aquosas, respectivamente.

Crê-se ser benéfico impregnar previamente as fibras de madeira antes do tratamento, deixando que as fibras absorvam água e inchem.

Pensa-se que a fase de refinação é também importante para a presente invenção, sendo o principal objectivo da fase de refinação tornar áspera a superfície das fibras de madeira, o corte das fibras ao longo do seu comprimento e o inchamento das fibras tratadas. Designa-se este tratamento por fibrilação externa e interna, em oposição à fibrilação predominantemente externa que inclui uma acção de corte transversal em pedaços que diminui o comprimento das fibras.

Quando fibriladas adequadamente, as fibras da polpa de madeira devem ter uma resistência à tracção, expressa pelo comprimento de rotura num "TAPPI Standard Handsheet" preparado de

acordo com TAPPI Method T-205 om-81, de pelo menos 4 a 12 Km à temperatura ambiente. As fibras devem ter uma densidade e um tal "Handsheets" de cerca de 0,05 a cerca de 0,75 g/cm³ e de preferência de cerca de 0,67 a cerca de 0,72 g/cm³.

As fibras de polpa de madeira utilizadas no processo descrito e tendo as propriedades particulares de resistência à tracção e de ligação expressas pelo comprimento de rotura e a densidade, mantendo no entanto geralmente o comprimento máximo das fibras, foram obtidas utilizando um refinador Double Disc, fabricado pela Beloit Corporation-Jones Division, para produção em fábricas de grande capacidade. Amostras e Handsheets de controlo para pequenos laboratórios podem ser preparados vantajosamente com um batedor Valley de laboratório. O corte transversal das fibras pode ser minimizado nos refinadores anteriores. Um outro batedor desejável para utilização na prática da presente invenção é o batedor Jones Bertrams.

Outros fornecedores de equipamento de produção apropriado, nos Estados Unidos incluem: Bolton-Emerson, C-E Bauer, uma subsidiária da Combustion Engineering; e a Sprout-Waldrom Division da Koppers Co., Inc.

Refinadores operativos apenas com alguns tipos de pastas, e portanto menos preferidos, incluem o batedor do tipo Hollander, o Hydrapulper fabricado por Black Clawson, Inc., Middletown, Ohio, o Dynopulper e o batedor Vortex.

Tipicamente, a pasta é inicialmente recebida sob a forma de uma folha seca que é lavada, isto é, dispersa e depois refinada, num meio aquoso. Como atrás se notou, pensa-se ser bené

fico impregnar previamente a pasta. Utiliza-se um refinador, tal como um dos que atrás se enumeraram, para refinar a pasta, como atrás se descreveu, sendo a pasta tratada durante um tempo suficiente para obter as características desejadas. Esse tempo varia rá com o tipo de pasta particular utilizado. Tipicamente, a pasta pode ser primeiro levada a uma consistência de cerca de 0,75 % a cerca de 5 %, de preferência entre cerca de 2 % e cerca de 4 %, a uma temperatura de cerca de 21 a 27°C (70 a 80°F).

Para assegurar todas as vantagens de uma tal pasta de madeira altamente refinada crê-se ser vantajoso empregar como componente de fibras celulósicas pasta de madeira derivada de madeiras macias (gimnospérmicas). Inclui-se nesta designação as árvores de folhas persistentes tais como o abeto, o pinheiro e similares, que têm fibras mais longas do que as das madeiras rijas. As madeiras macias preferidas para esta aplicação são caracterizadas por uma relação entre o comprimento e a espessura (diâmetro), determinada microscopicamente, de cerca de 60:1 a 120:1 e, de preferência 100:1, respectivamente. Os comprimentos das fibras de madeiras macias varia entre cerca de 1,27 e 5,08 mm (0,05" a 0,2").

As pastas disponíveis no comércio deste tipo conterão tipicamente uma percentagem de madeira rija que, quando presente, pode compreender até 20 % ou mais da pasta. Desde que possa obter-se a fibrilação externa e interna necessária, tais pastas podem ser integralmente usadas para os fins da presente invenção.

As pastas de madeiras macias operativas incluem as que são caracterizadas como pasta mecânica ou madeira moída ou pasta química incluindo a de sulfito e de preferência pasta kraft de sulfato, como se descreve em Kirk-Othmer, "Encyclopedia of Chemi-

cal Technology", págs. 495 e 496, vol. 14 (1967) ou, na verdade, a derivada do processo da soda.

Na prática do processo do sulfito, a madeira é digerida numa solução de bissulfito de cálcio e ácido sulforoso. No processo do sulfato ou processo Kraft, utiliza-se uma mistura de hidróxido de sódio e de sulfureto de sódio, sendo o sulfureto derivado da redução do sulfato de sódio introduzido no processo no decurso do tratamento.

A variedade de pasta mecânica, semi-química ou química não branqueada é geralmente preferida à pasta branqueada ou semibranqueada devido à maior capacidade de absorção da pasta não branqueada em geral. Prefere-se a pasta química não branqueada também porque tem geralmente maior resistência e durabilidade. No entanto, pode usar-se qualquer das pastas anteriores se forem susceptíveis de atingir uma densidade e um comprimento de rotura como consequência da fibrilação interna ou externa que proporcionará as resistências necessárias no material compósito. As pastas químicas alcançarão estas características mais facilmente.

Uma fonte preferida de fibras de polpa para serem usadas na presente invenção, embora branqueada, é a pasta de madeira macia branqueada Alberta Hi-Brite, disponível comercialmente na Champion Corporation. Esta pasta foi refinada até um comprimento de rotura após refinação tão elevado como 10 a 11 Km. É também preferida a pasta de madeira macia não branqueada Mackenzie, fabricada pela British Columbia Forest Products, Inc., Vancouver, British Columbia, Canada. Também utilizável, embora menos preferida é a pasta branqueada St. Croix fabricada pela Georgia Pacific Corporation em Woodland, Maine.

Particularmente preferidas na prática da presente invenção são as fibras de pasta de madeira macia de sulfato, Kraft, com um comprimento médio das fibras de 1,27 a 5,08 mm (0,05" a 0,2") e uma relação entre o comprimento das fibras e o diâmetro de cerca de 80:1 a 120:1 e mais particularmente cerca 100:1.

Fibrilação, tal como o termo é usado na presente memória descritiva, tem-se referido anteriormente apenas à fibrilação externa das fibras da pasta de papel, uma propriedade mensurável pela utilização de técnicas microscópicas visuais normalizadas e pela determinação das propriedades de drenagem ou libertação. A medição usual desta última propriedade é o "Canadian Standard Freeness Test" (CSF), no qual o valor da libertação é determinado de acordo com a TAPPI Standard T 227 om58 numa amostra de 3g de fibras de pasta diluídas com 1 000 cm³ de água. Em termos de fibrilação externa, as fibras de pasta deviam ter um CSF pelo menos de cerca de 260 a 660 cm³, mas isso apenas mede o grau de fibrilação externa. A fibrilação interna pode ser demonstrada por um aumento de inchamento e da flexibilidade das fibras. Estas características não são medidas por determinações de drenagem e de libertação. Fibrilação interna elevada juntamente com um grau significativo de fibrilação externa são preferidas para o desenvolvimento de uma elevada resistência interna de ligação, na prática da presente invenção.

O aumento de volume e da flexibilidade das fibras resultante da fibrilação interna faz aumentar a densidade das mesmas. O grau de resistência de ligação interna das fibras da pasta pode ser definido pela exigência de propriedades de resistência mínima das fibras da madeira com uma densidade mínima.

As propriedades de ligação interna obtidas pela combinação da fibrilação externa e interna supõe-se que conduzem à promoção de locais para a deposição e a aderência de latex e dos materiais de enchimento. Além disso, estas propriedades facilitam o desenvolvimento de uma resistência à tracção em húmido apropriada, necessária quando um manto húmido formado por materiais apropriados é transferido de uma máquina de fabrico de papel Fourdrinier normal para os cilindros de secagem tipicamente utilizados no fabrico do papel. Finalmente, crê-se que estas propriedades ajudam a obter um produto final de folha compósita seco com uma densidade apropriada para ser usada como folha de forro de suporte ou entretela num laminado de cobertura de superfícies. Verificou-se, em geral que quanto mais elevado for o grau de fibrilação interna, maior pode ser a quantidade de material inorgânico de enchimento, pouco dispendioso, que pode ser usado para reduzir a concentração de látices poliméricos, caros, continuando no entanto a obter-se uma folha compósita com uma ligação interna satisfatória.

O grau de fibrilação externa e interna pode ser rigorosamente determinado pela combinação da densidade e da resistência à tracção, medidas pelo comprimento de rotura, das fibras da pasta.

O comprimento de rotura e a densidade são determinados a partir de um TAPPI Standard Handsheet, preparado a partir de fibras de pasta segundo TAPPI T205 om 81 e medidas segundo TAPPI T494 om 81 e TAPPI T220 om 93, respectivamente. Para determinar o comprimento de rotura usando "hand sheets" assim preparados, utiliza-se a norma TAPPI T494 om 81 para se obter um valor

em quilómetros por meio da fórmula:

$$\text{Comprimento de rotura} = \frac{3,658 \times \text{resistência à tracção em libras/polegada}}{\text{peso básico em libras/1000 pés quadrados}}$$

A densidade é determinada usando TAPPI T220 om 83 para se obter um valor em g/cm^3 utilizando a fórmula:

$$\begin{aligned} \text{densidade} &= \frac{R \text{ (massa por unidade de área em } \text{g/m}^2 \text{)}}{25,4 \times \text{espessura em milésimos de polegada}} \\ &\text{ou} \\ &= \frac{0,1922 \times \text{peso básico em libras/1000 pés quadrados}}{\text{espessura em milésimos de polegada}} \end{aligned}$$

Usando estas normas, uma pasta de madeira macia com um comprimento de rotura de 4 a 12 Km e uma densidade de cerca de $0,50 \text{ g/cm}^3$ a cerca de $0,75 \text{ g/cm}^3$ é considerada importante para obter material de folha compósita com as vantagens segundo a presente invenção.

Deve notar-se neste contexto que a densidade e o comprimento de rotura podem ser determinados convenientemente para uma pasta refinada particular pela preparação de amostras de "handsheet" usando o batedor Valley. Estes resultados devem ser reproduzidos razoavelmente bem pelo "handsheet" de pasta comparado com a produção de grande volume numa fábrica de folha de pasta refinada com uma densidade e um comprimento de rotura equivalentes e portanto um grau de fibrilação interna semelhante, usando por exemplo uma refinador Beloit Double-Disc. Deve também notar-se que pode usar-se uma refinação da pasta em trajecto múltiplo, quer em laboratório, quer na fábrica de papel para garantir a densidade e o comprimento de rotura desejados, se necessário.

A concentração das fibras de pasta de madeira no produto final de folha compósita, referida ao peso em seco, está dentro da gama que vai de cerca de 5%, em peso, a cerca de 50%, em peso. Prefere-se uma concentração de 18 a 40% e, mais particularmente, compreendida entre cerca de 20 e 25%, referida ao peso em seco da folha compósita.

Continuando a referência à figura do desenho anexo, no vaso (20) misturador é também carregada uma quantidade de um ou mais materiais de enchimento ou cargas em partículas insolúveis na água. Embora possam ser usadas operativamente várias cargas orgânicas e inorgânicas insolúveis na água, as cargas usadas nas formas de realização preferidas da presente invenção incluem o talco e o carbonato de cálcio. As outras cargas que podem ser usadas vantajosamente na prática da presente invenção são materiais inorgânicos finamente divididos substancialmente insolúveis na água. Tais materiais incluem, por exemplo, dióxido de titânio, sílica amorfa, óxido de zinco, sulfato de bário, carbonato de cálcio, sulfato de cálcio, silicato de alumínio, argila, silicato de magnésio, terra de diatomáceas, trihidrato de alumínio, carbonato de magnésio, pedra calcária dolomítica parcialmente calcinada, hidróxido de magnésio e misturas de dois ou mais de tais materiais. O carbonato de cálcio tratado quimicamente existe no comércio com uma qualidade na qual as partículas estão trituradas até uma granulometria tal que 100% das partículas passarão através de um crivo de 60 malhas (usando as dimensões normalizadas dos USA em malhas) e 96% das partículas passarão por um crivo de 100 malhas. Uma outra qualidade comercial utilizável na prática da presente invenção tem uma distribuição das dimensões das particu

las tal que 100% das mesmas passam através de um peneiro de 12 malhas e 96% das partículas passam por um peneiro de 325 malhas (44 micrómetros).

Particularmente preferido na prática da presente invenção é uma qualidade existente no comércio de pedra calcárea triturada contendo desde cerca de 96% até cerca de 98% de carbonato de cálcio. Este material analisado relativamente aos óxidos daria cerca de 1% de óxido de magnésio, cerca de 0,1% de óxido férrico, cerca de 0,25% a 0,75% de sílica e 0,3% de alumina, bem como vestígios de pentóxido de enxofre e fósforo da ordem de cerca de 0,003% a cerca de 0,004%, respectivamente.

O talco existe no comércio em uma qualidade tal que 100% das partículas de forma achatada passam pelo peneiro de 200 malhas e 99,5% das partículas passam por um peneiro de 325 malhas. Disponível comercialmente na Vermont Talc com a designação comercial Vertal 7, este material tem uma análise de óxidos de cerca de 38,3% de óxido de silício (SiO_2), cerca de 34,0% de óxido de magnésio (MgO), cerca de 2,6% de óxido de ferro (Fe_2O_3) e menos de 2,0% de óxido de alumínio (Al_2O_3).

A quantidade de material de enchimento usada na prática da presente invenção varia de cerca de 0% a cerca de 55% com base no peso seco e de preferência estará compreendida entre cerca de 15% e cerca de 45%, na mesma base.

Com nova referência ao vaso de mistura (20) verificou-se ser útil introduzir também um componente tensioactivo solúvel na água, actuando neste caso como anti-estática. Como atrás se notou, verificou-se previamente que a dispersão de fibras de vidro

em dispersão aquosa separada pode ser facilitada pela utilização de um elemento tensioactivo como agente anti-estática. Determinou-se agora que não é necessário preparar uma dispersão aquosa separada de fibras de vidro. Pelo contrário, com o emprego dos ensinamentos da presente invenção, as fibras de vidro existentes no comércio, tendo apenas um teor de água residual, podem ser adicionadas directamente com os outros materiais no processo com uma consistência parcial superior a meio por cento. Deve entender-se que a ordem de adição atrás mencionada não é crítica até este ponto, sendo apenas necessário que o auxiliar da dispersão, e de preferência a carga, sejam dispersados na dispersão aquosa antes da adição das fibras de vidro.

O agente tensioactivo utilizado na forma de realização preferida da presente invenção é uma alquilamina polioxietilada na qual a parte de alquilo está dentro da gama de 9 a 18 átomos de carbono e de preferência dentro da gama de 9 a 10 átomos de carbono. Preferem-se em particular a nonilamina e a decilamina. Cada molécula de alquilamina polioxietilada contém 5 a 10 partes de óxido de etileno e a amina tem um peso molecular médio de cerca de 400 a 700.

Este agente tensioactivo é geralmente incorporado na dispersão aquosa numa concentração, em peso, de cerca de 0,01% a cerca de 0,05%. Um tal agente tensioactivo está comercialmente disponível na GAF Corporation com a designação comercial KATA-POL e foi aqui usado com vantagem.

São bem conhecidos na técnica agentes tensioactivos aniónicos e catiónicos e podem escolher-se materiais apropriados destas classes, por exemplo, de entre os mencionados nas publi

cações anuais da "McCutcheon's Detergents and Emulsifiers", publicadas por McCutcheon's Division, Allured Publishing Corporation, Ridgewood, NJ. São também dados exemplos de agentes tensioactivos não iónicos na referência dada atrás.

A esta mistura contendo pelo menos o agente tensioactivo e de preferência o material de enchimento inorgânico, adiciona-se uma fibra não celulósica constituída pelo menos por fibras de vidro, podendo também estar presentes lã mineral e outras fibras minerais ou orgânicas apropriadas. O material de fibras de vidro preferido é constituído por fibras de vidro cortadas aos pedaços, tais como uma qualidade disponível comercialmente de fibras de vidro da Owens-Corning Fiberglas ou Johns-Manville Corporations. As fibras de vidro não absorvem qualquer humidade, têm resistência à tracção elevada, densidades muito elevadas e excelente estabilidade dimensional. As fibras de vidro têm comprimentos médios de 2,54 mm (0,1") a 17,78 mm (0,7") e têm um diâmetro médio na gama dos 6 micrómetros (0,00024") a 13 micrómetros (0,00050"). A consistência parcial das fibras de vidro para dispersão efectiva está na gama até cerca de 3,0 % e de preferência pelo menos 0,5 % e mais desejavelmente pelo menos cerca de 1 %, em peso da dispersão. Crê-se que a presença do agente tensioactivo do material de enchimento inorgânico impede a reaglomeração das fibras de vidro.

A proporção de fibras de vidro no produto composto final em folha está dentro da gama de cerca de 5 % a cerca de 25 %, em peso seco. Além disso, garantem-se resultados na generalidade satisfatórios desde cerca de 9 % a cerca de 20 % e, mais desejavelmente, de cerca de 12,5 % a cerca de 15 %, em peso

seco. Porém, deve notar-se que são os custos, e não as exigências do processo ou do produto final, que representam a limitação mais séria ao uso de tais fibras, podendo essas fibras ser utilizadas acima dos valores atrás indicados.

Embora não necessário, pode ser vantajoso incluir também uma porção de qualquer tipo de material fibroso sintético como parte da composição do material compósito. A este respeito deve notar-se que têm sido usadas vantajosamente fibras de polietileno a níveis de cerca de dez por cento da substância seca, embora mais uma vez sejam os custos e não o processo os requisitos do produto final que limitam o uso de tais fibras. Crê-se portanto que podem usar-se com vantagem níveis mais elevados de tais fibras, bem como de outras fibras sintéticas e de misturas das mesmas.

Será também evidente para os entendidos na matéria que a preparação de um material compósito desta natureza e deste tipo é facilitada pela adição de vários aditivos de tratamento da água, agentes de condicionamento e similares, tais como resinas resistentes a seco e em húmido, agentes inibidores de espuma, ajustadores de pH e similares.

Muitos de tais agentes são conhecidos dos especialistas, não se pretendendo que nem o processo nem os produtos segundo a presente invenção sejam limitados por esse facto.

As resinas solúveis na água e resistentes à humidade que têm sido usadas vantajosamente aqui incluem resinas de policaprolactona-epicloridrina ou poliois de epicloridrina-policaprolactona da E.F. Houghton & Co., Valley Forge, Pensilvania, com

a designação comercial e de qualidade REZOSOL 388-15. São polióis ilustrativos, disponíveis comercialmente na Union Carbide Corp. com a designação comercial NIAH. Particularmente úteis na prática da presente invenção são as resinas de epicloridrinapoliamida, tais como as comercialmente disponíveis na Hercules Incorporated com designações comerciais de marca e tipo KYMEME 557 e POLYCUP 361.

Ilustrativa de uma resina resistente a seco utilizável na prática da presente invenção é uma resina de poliacrilamida parcialmente hidrolisada disponível comercialmente na Dow Chemical Company com a designação comercial Separan 87 D.

Ilustrativas de agentes inibidores de espuma que foram aqui usados eficientemente são composições disponíveis comercialmente com as designações comerciais NOPCO NXZ da Diamond Shamrock Company, e DeAirex 1027 da E.F. Houghton & Co. O alumínio, um produto químico comum no tratamento de águas, foi também usado vantajosamente aqui, bem como o hidróxido de amônio, que foi utilizado para ajustar o pH. Pode também adicionar-se uma quantidade vestigial de um antioxidante para melhorar as qualidades do produto final.

Todos estes materiais, aditivos e agentes podem ser adicionados no recipiente de mistura (20) ou alguns poderão adicionar-se mais tarde, por exemplo depois de a dispersão aquosa ser transferida para uma arca de escoamento (24) através da conduta de alimentação (26). Embora possa adicionar-se neste ponto uma resina aglomerante de látex, mostrou-se ser mais expediente peneirar primeiro a dispersão, como se ilustra pelo peneiro (28), e depois transferir a dispersão aquosa para um tanque de

precipitação (30) através da conduta de alimentação (32). Além da resina aglomerante de látice, podem introduzir-se neste ponto quaisquer produtos químicos e aditivos de tratamento não adicionados antes.

Os polímeros formadores de película, insolúveis na água orgânicos utilizáveis na prática da presente invenção podem ser naturais ou sintéticos e podem ser um homopolímero, um copolímero de dois ou mais monômeros etilenicamente insaturados ou uma mistura de tais polímeros. São polímeros orgânicos representativos a borracha natural, as borrachas sintéticas tais como as borrachas de estireno-butadieno, as borrachas de isopreno, as borrachas butílicas e as borrachas de nitrilo e outros polímeros resinosos ou do tipo de borrachas de monômeros etilenicamente insaturados que sejam formadores de película, de preferência à temperatura ambiente ou a temperaturas mais baixas, embora num caso particular possa usar-se um polímero que seja formador de película à temperatura usada na preparação dessa folha. Podem usar-se polímeros não formadores de película em misturas desde que a mistura resultante seja formadora de película. Podem também usar-se polímeros que são tornados formadores de película pelo uso de plastificantes.

Nas formas de realização preferidas da presente invenção são usadas vantajosamente resinas acrílicas e borrachas de estireno-butadieno. Relativamente às resinas acrílicas, os componentes de resinas macias, compreendendo resinas acrílicas aniônicas insolúveis na água, com temperaturas de transição vítrea de -30°C a -10°C são materiais tais como Amsco Res 6922, da Union Oil Co., TR 934 da Rohm and Haas e Hycar 2671 da B.F. Goodrich.

Os componentes de resina dura, compreendendo resinas acrílicas aniônicas solúveis na água, que têm temperaturas de transição vítrea de cerca de 20°C a 40°C são materiais tais como Amsco Res 3112, da Union Oil Co., TR 407 da Rohm and Haas e Hycar 26138 da B.F. Goodrich.

Outras resinas acrílicas apropriadas, com temperaturas de transição vítrea de -10°C a 20°C são materiais tais como Dur-O-Cryl 720 da National Starch and Chemical Corp. e Hycar 2600X349 da B.F. Goodrich.

Embora se prefiram as resinas acrílicas como aglomerante para o Exemplo II, outros polímeros orgânicos formadores de película e insolúveis na água utilizáveis na prática da presente invenção são a borracha natural, borrachas sintéticas tais como estireno-butadieno, isopreno butílicas e polímeros e copolímeros de nitrilo e polímeros e copolímeros de cloreto de vinilo e de vinilideno, conforme as propriedades particulares de sejadadas.

Os látices de borracha de estireno-butadieno mais utilizáveis na prática da presente invenção, particularmente como se indica no Exemplo I, compreendem copolímeros aniônicos insolúveis na água ou misturas de copolímeros de estireno e butadieno, juntamente com modificadores para carboxilação e estabilização. As temperaturas de transição vítrea típicas destes látices estarão dentro da gama de cerca de -20°C a cerca de $+45^{\circ}\text{C}$. Látices apropriados que têm sido empregados vantajosamente incluem as resinas de estireno-butadieno comercialmente disponíveis na Dow Chemical Company com as designações comerciais XD30636.02, XD30571.40 e XD30192 e na General Tire and Rubber Co. com a designação co-

mercial Genflr 2526.

A dispersão aquosa assim preparada é em seguida transferida para uma arca mecânica (34) através da conduta de alimentação (36) onde a dispersão é submetida a uma agitação contínua, como se ilustra pelos meios de agitação (38). Da arca mecânica (34) a dispersão é transportada por quaisquer meios tais como uma bomba inserida na conduta (40), novamente submetida a peneiração, ilustrada em (42) e depois transferida através da conduta de alimentação (44) para a caixa da cabeça (50) de uma máquina de fabrico de papel Fourdrinier substancialmente normalizada, representada globalmente em (60). Entre a bomba (42) e a caixa de cabeça (50), uma conduta de alimentação suplementar (46) liga à conduta (44) de alimentação. Pode introduzir-se, conforme necessário, um agente flocculante proveniente do reservatório (48) através da conduta de alimentação (46).

Este flocculante é utilizado, se necessário, para maximizar a facilidade do processamento e as propriedades físicas da folha final, tipicamente nas quantidades de 0 % a cerca de 0,25 % . Embora se conheçam na técnica muitos flocculantes utilizáveis para este fim, é particularmente preferido e utilizado aqui vantajosamente um polímero e copolímero de acrilamida tal como o disponível comercialmente com a designação RETEN 521 da Hercules Incorporated. Também se usa vantajosamente, em especial quando a cor tem pouco interesse, um produto disponível na E.F. Houghton Corp. com a designação STABILEX 573 e uma amida poliacrílica catiónica disponível na Dow Chemical Company com a designação XD 8494.

Empregando técnicas relativamente normalizadas no fabrico de papel, a massa que coagula rapidamente é tomada num arame de moldação (52) e drenada, sendo a água da drenagem transportada através da caixa de drenagem (54). A folha compósita resultante (56) é vantajosamente consolidada pela passagem por um rolo de compressão (58) e depois transportada através de uma série de rolos aquecidos (62) para realizar a secagem por evaporação da folha compósita até um nível de humidade de aproximadamente 6 %.

Pode aplicar-se uma goma dispersa num meio aquoso numa ou nas duas superfícies da folha compósita formada (56), após algumas ou todas as fases de secagem por evaporação. Na forma de realização preferida da presente invenção, uma tal aplicação de goma é utilizada para assegurar uma superfície lisa e não interrompida isenta de fibras errantes ou similares. Esta goma serve também para assegurar a aderência de quaisquer resíduos mínimos de impurezas, de material de enchimento ou de fibras que possam ficar soltos ou acima da superfície da folha formada.

Na figura, a aplicação da goma está representada por uma prensa de gomagem (64). Porém, esse agente de gomagem pode ser aplicado por qualquer sistema convencional conhecido nestas técnicas, tais como um reservatório com um revestidor de faca, um rolo com uma faca, um rolo inverso, revestidores de rolo e similares. A goma aplicada deve deixar-se curar, podendo prever-se rolos aquecidos adicionais para esse fim.

Finalmente, a folha compósita curada, com ou sem aplicação de uma goma, pode ser usada imediatamente para certos fins, tais como forro de suporte ou entretela para laminados de cobertura de superfícies. Em alternativa, a folha compósita (56)

pode ser retirada e enrolada sobre si própria para armazenamento, transporte ou similar, estando isso ilustrado pelo rolo (66) para armazenamento.

Para melhor ilustrar as folhas compósitas preparadas de acordo com a presente invenção, apresentam-se os seguintes exemplos.

Exemplo I

Transformou-se numa pasta fluida pasta de papel Alberta Hi-Brite com um peso em seco de 250 Kg (550 libras) em um misturador Tornado com 12 112 litros (3 200 galões) de água do rio e deixou-se impregnar durante vários dias. Na altura da utilização, determinou-se que a pasta tinha uma Canadian Standard Freeness de 400 e a consistência de 3,0 % . Todas as resinas foram preparadas de antemão.

A matéria prima foi preparada por adição de cada um dos materiais seguintes num hidropolpador, a intervalos de aproximadamente trinta segundos:

	<u>% na fórmula</u>	<u>Kg</u>	<u>Peso em seco</u> <u>Libras</u>
1. Água purificada	-	-	-
2. Alúmen	0,15	1,86	4,1
3. Pasta de madeira	20,00	250	550,0
4. Fibras de polietileno (Pulpex E A321 da Hercules, Inc.)	10,00	125	275,0
5. Inibidor de espuma (De-Airex 1027 da E.F. Houghton)	0,20	2,5	5,5
6. Talco (Vertal 7 da Vermont Talc)	29,09	363	800,0
7. Resina resistente em húmido (Kymene 557H da Hercules, Inc.)	2,40	29,9	66,0
8. Resina resistente em seco (Separan 87D da Dow Chemical)	0,60	7,49	16,5
9. Anti-estática (Katapol VP532 da GAF Corp.)	0,02	0,32	0,7

	<u>% na fórmula</u>	<u>Kg</u>	<u>Peso em seco</u> <u>Libras</u>
10. Fibra de vidro (Owens-Corning 691-20 fibra de 4,8mm(3/16"), 11µm)	14,55		400,0
11. Anti-oxidante	0,73	9,12	20,1
	<u>77,74</u>	<u>789,19</u>	<u>2 137,9</u>

Na preparação da matéria prima como atrás se indi
dicou adicionaram-se 0,5 Kg (1,1 libras) de hidróxido de amônio
líquido para ajustar o pH a 7,0. O tempo de mistura total foi de
aproximadamente 15 minutos e a consistência final de cerca de
5,4 %.

A dispersão aquosa assim preparada foi primeira-
mente transferida para uma arca de escoamento, onde foi mais
diluída com água para uma consistência de 2,5 % e depois peneira-
da através de um peneiro ranhurado com aberturas de 1,14 mm
(0,045") para um tanque de pasta fluida.

Deste tanque transferiu-se uma porção da dispersão
aquosa atrás referida, representando 156 Kg (344,0 libras) de pe-
so seco, para um tanque de precipitação e combinou-se com uma
quantidade de latex de estireno-butadieno (XD30571.40 da Dow Che-
mical) com um peso seco de 44,6 Kg (98,3 libras) e representando
22,21 % da fórmula, em peso. O ciclo de precipitação durou aproxi-
madamente 100 segundos. Nesta altura, a dispersão aquosa tinha a
consistência de cerca de 3,1 % e foi transferida para uma arca me
cânica.

Esta dispersão aquosa mais diluída até uma consis-
tência final de cerca de 1 %, representando 99,95 % da fórmula em
peso, foi novamente peneirada através de ranhuras horizontais de
0,35 mm (0,014") e fornecida para a caixa de cabeça com um caudal

de 6041 litros/minuto (1 596 galões/minuto). A este fluxo adicionou-se antes do fornecimento à caixa de cabeça um fluxo de 3,785 litros/minuto (1,0 galão/minuto) de um flocculante "de toque", diluído em água adicional até 0,2 % (XD8494 da Dow Chemical). Este flocculante representava os últimos cinco centésimos da fórmula, em peso.

A massa de coagulação rápida foi introduzida na caixa de cabeça de uma máquina de fabricação de papel relativamente normalizada e recebida num arame de moldação para formar uma folha. A folha foi parcialmente seca e revestida dos dois lados.

Secou-se depois completamente a folha e retornou-se num rolo para armazenamento. As propriedades físicas da folha compósita preparada deste modo estão indicadas no Quadro seguinte.

Exemplo II

Transformaram-se em pasta fluida 454 Kg (1 000 libras de pasta de madeira Alberta Hi-Brite) em misturador Tornadoc e deixou-se impregnar como no Exemplo I. Na altura da utilização, esta pasta tinha uma Canadian Standard Freeness de 540 e a consistência era de 3,0 % .

Preparou-se a matéria prima por adição de cada um dos materiais seguintes num hidropolpador, a intervalos de cerca de 60 segundos:

	<u>% na fórmula</u>	<u>Kg</u>	<u>Peso seco</u> <u>Libras</u>
1. Água purificada	-	-	-
2. Talco (Vertal 7 da Vermont Talc)	31,07	567,5	1 250
3. Carbonato de cálcio Nº 4 da H.M. Royal	9,92	181,4	400

	<u>% na fórmula</u>	<u>Peso seco</u>	
		<u>Kg</u>	<u>Libras</u>
4. Pasta de madeira	24,86	454	1 000
5. Anti-estática (Katapol VP-532 da GAF)	0,05	0,9	2
6. Fibras de vidro (Owens Corning 691-20, 3,75mm(1/8"), 7,5µm)	12,43	227	500
7. Inibidor de espuma (NXZ da Diamond Shamrock)	0,15	1,8	4
	<u>78,48</u>	<u>1 432,6</u>	<u>3 156</u>

O tempo total de mistura foi de aproximadamente 12 minutos e a consistência era de cerca de 6 %.

A dispersão total aquosa assim preparada foi transferida para uma arca de escoamento onde foi diluída ulteriormente com água purificada até uma consistência de cerca de 2,5 %. A esta arca foram também adicionados 18,14 Kg (40 libras) (peso seco) de uma resina de resistência em húmido (Kymene 557H da Hércules Inc.) e representando 1,0 % do total da fórmula em peso. Esta nova dispersão aquosa foi então transferida através de um peneiro com aberturas de 1,143 mm (0,045") de largura, para um tanque da pasta fluida.

Deste tanque, transferiu-se uma porção da dispersão aquosa anterior representando 149,7 Kg (330,0 Libras), em peso seco, para um tanque de precipitação onde foi combinada com uma quantidade de emulsão de látice acrílico (Hycar 26138 da B.F. Goodrich) com um peso seco de 37,5 Kg (82,5 libras) representando 19,95% da fórmula, em peso. A esta dispersão aquosa, depois da adição do látice, adicionou-se também 0,68 Kg (1,5 libras) de sulfato de alumínio, representando 0,37 % da fórmula em peso. Após a agitação

durante cerca de 10 segundos, rompeu-se a emulsão de látex e as partículas de látex depositaram-se uniformemente nas partículas da pasta fluída. Nesta altura, a pasta fluída tinha o aspecto de partículas muito finas que seriam drenadas lentamente numa máquina de fabrico de papel. Enquanto esta dispersão aquosa estava ainda sob a agitação, adicionou-se um agente flocculante aniónico de co polímero à base de acrilamida de elevado peso molecular (RETEN 521, da Hercules, Inc.), com um peso em seco de 0,38 Kg (0,85 libras). Este material transformou a aparência de pasta fina numa pasta grosseira do tipo que seria de esperar que drenasse mais rapidamente numa máquina de fabrico de papel. O tempo total de agitação necessário para a adição de sulfato de alumínio e de RETEN 521 desta maneira foi de cerca de 45 segundos. Nesta altura, a dispersão aquosa tinha a consistência de cerca de 3,0%, e foi transferida para uma arca mecânica.

Da arca mecânica, a dispersão aquosa foi transferida para a caixa de cabeça da máquina de fabrico de papel. Durante o transporte, a dispersão aquosa foi ainda mais diluída com a água até 1% de consistência, e foi peneirada através de um peneiro com ranhuras horizontais com 0,36 mm (0,014") de largura. O fornecimento da dispersão à caixa de cabeça foi feito com um caudal de 6 623,7 l/m (1 750 galões/m). A este caudal adicionou-se, antes do fornecimento à caixa de cabeça, um caudal de 15,14 l/m (4,0 galões/m) de flocculante "de toque", diluído em água até 0,25% (RETEN 521 da Hercules). A quantidade deste flocculante adicionado representava 0,2 % da fórmula, em peso.

A massa que coagula rapidamente foi introduzida na caixa de cabeça de uma máquina de fabrico de papel relativamente

normalizada e recebida num arame de moldação para formar uma folha. A folha foi seca parcialmente e revestida dos dois lados.

A folha foi depois seca completamente e recebida num rolo de armazenamento. As propriedades físicas da folha assim preparada estão indicadas no Quadro seguinte.

Q U A D R O

<u>Propriedade</u>	<u>Unidade</u>	<u>Exemplo</u>		<u>Controlo</u>
		<u>1</u>	<u>2</u>	
Peso da resma	Libras por 480 pés quadrados	26,0	24,1	57,0
Peso por jarda quadrada	Libras por jarda quadrada	0,49	0,45	1,0
Espessura	Polegadas x 1000	14,0	14,6	20,0
Espessura por relação de peso	Calibre por peso de resma	0,54	0,61	0,3
Resistência de tracção ao ambiente	Libras por polegada	89	71	35
Alongamento	%	2,8	2,3	2,3
Mullen	Libras por polegada quadrada	103	96	56
Rigidez T/2	Unidades/2	33	50	43
Resistência à tracção a quente (177°C, 350°F)	Libras por polegada	21	19	8
Absorção de água	%	51	108	38
Dilatação na água	%	0,14	0,20	0,43

Folha feltrada sem asbesto dimensionalmente estável comercialmente disponível na Congoleum Corporation com a designação comercial 020 White Shield II (WSIIB).

Os termos que aparecem no Quadro 3 são definidos

da seguinte maneira:

Resistência de tracção ao ambiente: Resistência à tracção do material compósito condicionado durante 24 horas a $22,8^{\circ}\text{C}$ (73°F) e 50 % de humidade relativa. Cortam-se porções das folhas em tiras de 25,4 mm (1") por 177,8 mm (7") e determina-se a espessura mínima na área do ensaio. Coloca-se a tira ensaiada numa máquina de ensaio Instron com um vão de 12,7 cm (5") e medem-se o alongamento e as libras na rotura, quando se opera a máquina com uma velocidade da cruzeta de 2,54 cm (1") por minuto.

Alongamento: A percentagem de alongamento do material compósito é determinada a $22,8^{\circ}\text{C}$ (73°F) num vão de 12,7 cm (5") na altura em que se faz a tracção condicionada pelo ambiente.

Mullen: Rebentamento lateral do material compósito determinado pelo processo TAPPI T 403-os-76.

Rigidez (T/2): Rigidez regular do material compósito determinada de acordo com o processo de ensaio TAPPI T489-os-76. O valor Taber é obtido em gramas centímetros e dividido por 2.

Resistência à tracção a quente : É a resistência à tracção do material compósito a 177°C (350°F). Esta propriedade física é ensaiada da mesma maneira que a resistência à tracção ao ambiente, excepto que o espécime em ensaio é aquecido a 177°C (350°F) durante 2 minutos enquanto é apertado nas maxilas da máquina de ensaio Instron.

Absorção de água : Absorção de água de uma porção pré-determinada de material mantido durante 24 horas a $22,8^{\circ}\text{C}$ (73°F) a 50 % de humidade relativa, determinada por imersão da amostra (30 x30 cm - 12" x 12") em água durante 24 horas e registando-se o aumento de

peso e calculando a percentagem do aumento.

Dilatação na água : Depois de seguir o mesmo procedimento que no ensaio de absorção de água, compara-se a percentagem do aumento da largura da amostra tanto no sentido da máquina como na direção perpendicular, que se compara com a amostra condicionada original.

É evidente que os termos e expressões aqui usados são utilizados como termos de descrição e não de limitação. Não há a intenção, de usar tais termos e expressões, de excluir equivalentes das características representadas e descritas ou parte das mesmas e reconhece-se que são possíveis várias modificações dentro do escopo da invenção.

R E I V I N D I C A Ç Õ E S

1.- Processo para a fabricação de uma folha compósita não tecida e estável dimensionalmente, que inclui um aglomerante polimérico, fibras celulósicas e fibras de vidro, caracterizado por compreender as fases seguintes A) a D), em sequência:

A) formação de uma dispersão aquosa de: (i) fibras celulósicas sob a forma de polpa de madeira constituída essencialmente por fibras de madeira macia com uma fibrilação externa caracterizada por uma drenagem de 260 a 600 cm³ ("Canadian Standard Freeness") e uma fibrilação interna caracterizada por um comprimento de rotura de 4 a 12 Km medida à temperatura ambiente e uma densidade de cerca de 0,50 a 0,75 g/cm³, determinada a partir de um "Tappi Standard Handsheet" e medidos de acordo com TAPPI T494 om 81 e T220 om 83, respectivamente, sendo a quantidade de polpa na referida dispersão tal que a sua consistência esteja compreendida entre cerca de 0,75 e cerca de 5 %, medida a uma temperatura de cerca de 21,1°C (70°F) a 26,7°C (80°F); e (ii) um agente tensioactivo solúvel na água e compreendendo um auxiliar de dispersão para as referidas fibras de vidro em uma quantidade suficiente para dispersar as referidas fibras de vidro na referida dispersão;

B) adição à referida dispersão contendo as referidas fibras celulósicas e o referido agente tensioactivo de fibras de vidro cortadas em pedaços em uma quantidade tal que a consistência parcial das referidas fibras de vidro na referida dispersão esteja compreendida entre cerca de 0,5 e cerca de 0,3 %, tendo as referidas fibras de vidro adicionadas um teor apenas residual de água, um comprimento médio de cerca de 2,54 mm (0,1") a

17,78 mm (0,7") e um diâmetro de cerca de 6 μ m a cerca de 13 μ m;

C) adição à referida dispersão contendo o referido agente tensioactivo e as referidas fibras de um aglomerante orgânico, insolúvel na água, formador de película e polimérico; e

D) formação a partir da referida dispersão aquosa de uma folha compósita seca, não tecida e dimensionalmente estável compreendendo entre cerca de 5 e cerca de 50 %, em peso, das referidas fibras celulósicas, e entre cerca de 5 e cerca de 25 %, em peso, das referidas fibras de vidro.

2.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a concentração do referido agente tensioactivo na dispersão formada na fase A) estar compreendida entre cerca de 0,01 e cerca de 0,05 %, em peso.

3.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a referida dispersão formada na fase A) incluir um agente tensioactivo de alquilamina polioxietilada.

4.- Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado por o referido agente tensioactivo ser uma nonilamina ou decilamina na polioxietilada.

5.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o aglomerante adicionado na fase C) compreender um polímero acrílico ou um polímero de estireno-butadieno.

6.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se incluir um material de enchimento ou carga na dispersão formada na fase A).

7.- Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado por a carga ser talco ou carbonato de cálcio ou uma mistura de talco e de carbonato de cálcio.

8.- Folha compósita não tecida e dimensionalmente estável, caracterizada por ter um teor relativamente elevado de fibras de vidro e ser utilizável como forro de suporte ou entretela para laminados de cobertura de superfícies, e que compreende:

a) desde cerca de 5 a cerca de 50 %, em peso, de fibras de madeira macia com uma fibrilação externa caracterizada por uma drenagem de 260 a 600 cm³ ("Canadian Standard Freeness"), uma fibrilação interna caracterizada por um comprimento de rotura de 4 a 12 Km à temperatura ambiente e uma densidade de cerca de 0,50 a cerca de 0,75 g/cm³, determinada a partir de um "TAPPI Standard Handsheet" e medidos de acordo com TAPPI T494 om 81 e T220 om 83, respectivamente; um comprimento médio das fibras de cerca de 1,27 mm (0,05") a cerca de 5,08 mm (0,2") e uma relação entre o comprimento e o diâmetro de cerca de 60:1 a 120:1;

b) desde cerca de 5 a cerca de 25 %, em peso, de fibras de vidro cortadas em pedaços com um comprimento médio de cerca de 2,54 mm (0,1") a cerca de 17,78 mm (0,7") e um diâmetro médio de cerca de 6 μ m a cerca de 13 μ m;

c) pelo menos cerca de 15 %, em peso, de material de enchimento; e

d) um aglomerante polimérico, orgânico, insolúvel na água e formador de película.

9.- Folha de acordo com a reivindicação 8, caracterizada por compreender de cerca de 15 a cerca de 45 %, em peso, do referido material de enchimento.

10.- Folha de acordo com a reivindicação 9, caracterizada por compreender de cerca de 18 a cerca de 50 %, em peso, das referidas fibras de madeira e de cerca de 9 a cerca de 20 %, em peso, das referidas fibras de vidro.

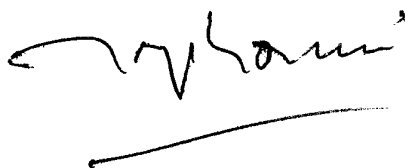
11.- Folha de acordo com a reivindicação 10, caracterizada

por compreender de cerca de 20 a cerca de 25 %, em peso, das referidas fibras de madeira e cerca de 12,5 a cerca de 15 %, em peso, das referidas fibras de vidro.

12.- Folha de acordo com a reivindicação 8, caracterizada por compreender de cerca de 9 a cerca de 20 %, em peso, das referidas fibras de vidro.

13.- Folha de acordo com a reivindicação 12, caracterizada por compreender de cerca de 12,5 a cerca de 15 %, em peso, das referidas fibras de vidro.

Lisboa, 12 de Agosto de 1987
O Agente Oficial da Propriedade Industrial

A handwritten signature in dark ink, appearing to be 'M. J. Gomes', is written over a horizontal line.

R E S U M O

"Materiais compósitos e processo para a sua fabricação"

A invenção refere-se a um processo para o fabrico de uma folha compósita não tecida e estável dimensionalmente, que inclui um aglomerante polimérico, fibras celulósicas e fibras de vidro, que compreende as fases A) a D) seguintes, em sequência:

A) formação de uma dispersão aquosa de: (i) fibras celulósicas sob a forma de uma polpa de madeira constituída essencialmente por fibras de madeira macia de um tipo particular; e (ii) um agente tensioactivo solúvel na água que compreende um auxiliar de dispersão para as referidas fibras de vidro em uma quantidade suficiente para dispersar as referidas fibras de vidro na referida dispersão;

B) adição à referida dispersão contendo as referidas fibras celulósicas e o referido agente tensioactivo de fibras de vidro cortadas em pedaços em uma quantidade tal que a consistência parcial das referidas fibras de vidro na referida dispersão é cerca de 0,5 a cerca de 3,0 %, tendo as referidas fibras de vidro adicionadas apenas um teor de água residual, um comprimento médio de cerca de 2,54 mm (0,1") a 17,78 mm (0,7") e um diâmetro de cerca de 6 micrómetros a cerca de 13 micrómetros;

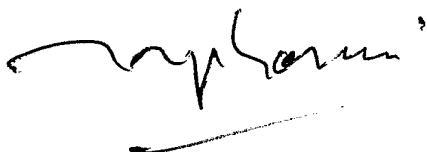
C) adição à referida dispersão contendo o referido agente tensioactivo e as referidas fibras de um aglomerante orgânico, insolúvel na água, formando película e polimérico, e

D) formação a partir da referida dispersão aquosa de uma folha compósita seca, não tecida, estável dimensionalmente, compreendendo desde cerca de 5 até cerca de 50 %, em peso, das referi

4.

das fibras celulósicas e desde cerca de 5 até cerca de 25 %, em peso, das referidas fibras de vidro.

Lisboa, 12 de Agosto de 1987
O Agente Oficial da Propriedade Industrial



10

