MEMÓRIA DESCRITIVA

DA

PATENTE DE INVENÇÃO

Nº 55 377

NOME: ICI Canada Inc., canadiana, com sede em 90 Sheppard Avenue East, North York, Ontário, M2N 6H2, Canadá

EPÍGRAFE: " PAPEL ALCALINO CONTENDO GRÂNULOS POLIMÉRICOS"

INVENTORES: Loreen Doris Ferguson, residente no Canadá.

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4º da Convenção da União de Paris de 20 de Março de 1883.

Canadá, em 21 de Setembro de 1989 sob o número de série 07/410,466.

Descrição referente à patente de invenção de ICI Canada Inc., canadiana, industrial e comercial, com sede em 90 Sheppard Avenue East, North York, Ontário, M2N 6H2, Canadá, (inventor: Loreen Doris Ferguson, residente no Canadá), para: "PAPEL ALCALINO CONTENDO GRÂNULOS POLIMÉRICOS".

D E S C R I Ç Ã O

A presente invenção refere-se a grânulos de polímero com vesículas e,mais particularmente, a papel constituído pelos grânulos referidos.

O desenvolvimento do papel possuindo uma elevada opacidade, baixo custo e propriedades físicas aceitáveis foi sempre de interesse para os fabricantes de papel.

O papel é normalmente fabricado pela transferência de uma suspensão (ou matéria prima) de material fibroso, materiais de agregação, aditivos de resistência húmidos e secos, agentes anti-espumantes, biocidas, corantes, pigmentos, auxiliares de retenção e/ou agentes de enchimento, através duma peneira de formação para drenagem de água para concentrar os sólidos. O papel formado sobre a peneira é, em seguida, seco até um peso base desejado (peso por unidade de área).

O material fibroso utilizado no fabrico de papel está na fcorma celulósica ou não celulósica,

CR.



por exemplo,substância de plantas tal como árvores, algodão, bagaço, e polímeros sintéticos, tal como seda, que podem ter sido deslenhificados e/ou branqueados.

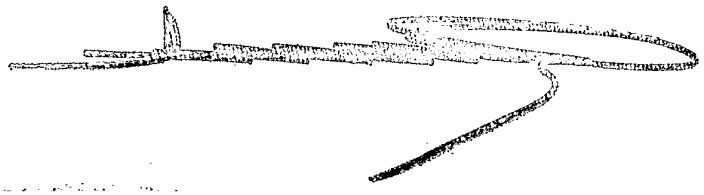
Os agentes de enchimento adicionam-se normalmente a produção do papel,de modo a substituir uma porção das fibras, da polpa caras, por material mais barato. Os agentes de enchimento escolhidos para papel alcalino, o que nesta especificação significa qualquer papel produzido a partir de uma suspensão fibrosa aquosa de ph 7 ou superior, seleccionam-se geralmente a partir da classe de agentes de enchimento minerais conhecidos como argilas, tal como caulino e carbonatos de cálcio.

Os carbonatos de cálcio utilizados como agentes de enchimento no fabrico de papel caem dentro de três classificações, nomeadamente, carbonatos em grão, giz e carbonatos precipitados. Os carbonatos de cálcio em grão ocorrem naturalmente na Terra e são extraídos e moídos para uma dimensão de partícula desejada. A forma de giz do carbonato de cálcio são restos de esqueletos de organismos marinhos enquanto que o carbonato de cálcio precipitado é uma forma, produzida pelo homem, de carbonato de cálcio, preparada fazendo borbulhar o gás dióxido de carbono através duma pasta aquosa de hidróxido de cálcio, seguindo-se a precipitação do carbonato de cálcio produzido.

Não se utiliza o carbonato de cálcio no fabrico de papel ácido porque o carbonato de cálcio pode provocar a formação de espuma na composição de papel aquosa ácida devido à produção de dióxido de carbono.

Os agentes de enchimento também se utilizam geralmente para proporcionarem propriedades ópticas adequadas, nomeadamente, brancura, brilho, opacidade e cor e propriedades de superfície tais como maciez e capacidade de impressão.

O grau de opacidade de um substrato partícular resulta da distribuição da luz difusa que ocorre quando a radiação visível é reflectida a partir das partículas da superfície do substrato e do próprio meio do substrato. No fabrico de papel alcalino é usual utilizar os



agentes de enchimento minerais anteriormente mencionados e, em particular, carbonato de cálcio para aumentar as propriedades ópticas e de superfície das folhas de papel.

No entanto, existe um limite prático à quantidade de agente de enchimento mineral inorgânico que pode ser adicionado ao papel. À medida que o teor do agente de enchimento mineral inorgânico aumenta há uma perda substâncial das propriedades de resistência física do papel. Esta perda das propriedades físicas é um resultado da interferência, com a ligação hidrogénio entre as fibras do material fibroso, pelo agente de enchimento, e porque, com o aumento do teor do agente de enchimento mineral inorgânico há menos fibras na folha de papel para contribuir para a resistência.

Estas propriedades físicas tais como índice de ruptura, índice de tracção índice de dilaceramento, % de alongamento, comprimento de ruptura e índice de absorção de energia de tracção(TEA) são considerações importantes no fabrico do papel porque o papel com propriedades físicas inaceitavelmente baixas tem tendência a romper sobre a máquina de fabrico de papel ou durante o processo de impressão ou pode estar abaixo dos padrões aceitáveis para aquele grau de papel.

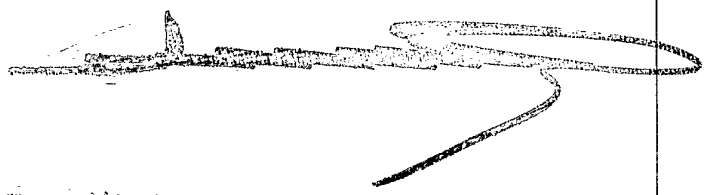
As melhorias numa propriedade física, por exemplo resistência ao dilaceramento, podem conseguir-se, normalmente, sacrificando outras propriedades físicas, tal como resistência à tracção, mas não é normal descobrir um método económico para melhorar todas as propriedades físicas simultaneamente. Para se obterem características óptimas particularmente sobre a máquina de fabrico de papel, é desejável uma mistura de propriedades físicas boas. Consequentemente os fabricantes de papel funcionam com uma formulação de papel que pode dar uma mistura óptima de propriedades físicas e que pode minimizar os custos ao mesmo tempo que maximizam a produção.

Durante o fabrico do papel verificam-se geralmente deteriorações nas propriedades físicas à medida que aumenta o nível do agente de enchimento. Os ní-

veis de agente de enchimento utilizados no fabrico de papel alcalino, são significativamente mais elevados do que os utilizados no fabrico do papel ácido devido aos benefícios económicos da utilização de quantidades elevadas do agente de enchimento,carbonato de cálcio de custo relativamente baixo. Como um resultado destes níveis elevados do agente de enchimento, a perda das propriedades físicas é de maior importância no fabrico de papel alcalino do que no fabrico de papel ácido.

É já conhecido, na técnica do fabrico de papel, que os grânulos com vesículas de poliéster insaturado carboxilado retículado com o monómero etilénicamente insaturado podem conferir propriedades vantajosas tais como opacidade melhorada das composições de papel e revestimento em que são incorporados. Os antecedentes da utilização dos grânulos com vesículas no fabrico de papel estão descritos na literatura, por exemplo, nos artigos de Kershaw (Australian OCCA Proceedings e News, Agosto de 1971), e Treier (TAPPI, Vol. 55,Nº5, 1972). Foram também publicadas numerosas patentes relativas a estes grânulos com vesículas as quais incluem as Patentes Norte-Americanas Nº.3.822.224, 4.089.819, 4.137.380,4.321.332, 4.483.945, a Patente Canadiana Nº 1.139 048 e os pedidos de Patentes Europeias Nº 0. 204.916 e 0.268 729.

A técnica de preparação de grânulos de poliéster com vesículas é conhecida já desde algum tempo e o proocesso preferível de preparação dos referidos grânulos está agora bem definido. Este processo é o processo de "emulsão dupla", em que a água é primeiramente dispersa numa solução de um poliéster insaturado carboxilado num monómero polimerizável, para proporcionar uma "primeira emulsão", e a primeira emulsão é ela própria dispersa em água para proporcionar uma "emulsão dupla". Inicia-se depois a polimerização do radical livre para proporcionar os grânulos com vesículas de resina de poliéster reticulada. Se se desejarem grânulos com vesículas pigmentados, os pigmentos podem ser dispersos em qualquer um ou ambos os componentes da primeira emulsão utilizando dispersantes e anti-espumantes de pigmen-



tos convencionais. A técnica de preparação dos materiais com vesículas está discutida com pormenor na Patente Norte-Americana Nº. 4.808.633 atribuída a C-I-L Inc.

As Patentes Europeias 0.204.916 e 0.268 729, descrevem métodos para a produção de papel calandrado de massa elevada contendo bolas com vesículas. A Patente Europeia 0.204.916 descreve um papel calandrado de massa elevada em que a opacidade do papel é aumentada pela adição de grânulos com vesículas numa quantidade de 0,5 a 15%, e de preferência de 2 a 10%, em peso do papel produzido. Os papeis produzidos de acordo com a Patente Europeia 0.204.916 possuem uma espessura e resistência aumentada à impressão, enquanto o brilho e a opacidade do papel,se mantêm. Isto permite que a quantidade do pigmento dióxido de títânio seja reduzida, o que diminui o custo do papel resultante.

A Patente Europeia 0.268.729 descreve um papel semelhante ao da patente 0.204.916, com espessura e resistência à impressão aumentada, mantendo o brilho e opacidade, em que a concentração dos grânulos com vesículas poliméricas está compreendida entre 2 a 6%, e, de preferência, 4 e 6%, do total do peso de papel. Num aspecto preferível desta invenção, adiciona-se um espessador polímero do ácido poli-carboxilíco neutralizado para reduzir a proporção de finos que passam através da peneira de formação do papel.

As Patentes Europeias 0.268 729 e 0.204.916 descrevem composições de papel preparadas a partir de matérias primas ácidas. Na Patente Europeia 0.268.729 é preferível que a matéria prima aquosa possua um pH de 4 a 6. Ambos os pedidos de patente especificam que as propriedades físicas se mantêm por substituição do dióxido de titânio por grânulos com vesículas poliméricas. No entanto ambas as patentes são omissas quanto à utilização de grânulos com vesículas poliméricos, numa composição de papel alcalina e, em particular,composições de papel que incluem agente de enchimento carbonato de cálcio.

Verificou-se agora que as propriedades físicas de um papel alcalino, que inclua um agente de en

chimento carbonato de cálcio, podem ser melhoradas pela adição de grânulos com vesículas poliméricos. Esta melhoria das propriedades fisícas, evidente num papel alcalino típico contendo de 5 a 35% de carbonato de cálcio,consegue-se para uma concentração de grânulos de 1 a 10% em peso.

A melhoria, de acordo com a presente invenção,que se tem observado nas propriedades físicas do papel alcalino,permite ao fabricante de papel baixar o custo de produção de papel pela adição de carbonato de cálcio adicional e assim substituir material fibroso adicional caro, ao mesmo tempo que mantem constante as propriedades físicas, ou aumentando a velocidade de linha da máquina de papel, devido à melhoria das propriedades físicas do papel, e produzindo assim mais papel por unidade de tempo.

É um objectivo da presente invenção proporcionar papel alcalino possuindo propriedades físicas melhoradas.

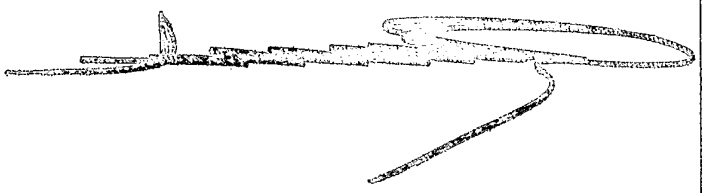
É um objectivo adicional da presente invenção melhorar as propriedades físicas de um papel alcalino que contem carbonato de cálcio enquanto mantem ou melhora a opacidade do referido papel.

Consequentemente a presente invenção proporciona um papel alcalino como aqui anteriormente referido, constituido por um material celulósico fibroso; 1,0 a 10,0% em peso do papel, de grânulos com vesículas poliméricas; e 5 a 35% em peso do papel, de agente de enchimento carbonato de cálcio.

De preferência, esta invenção proporciona um papel alcalino,como aqui anteriormente definido, em que o referido papel alcalino inclui de 1 a 5% dos grânulos com vesículas poliméricos referidos.

Mais preferívelmente, esta invenção proporciona um papel alcalino, como aqui anteriormente definido,em que o nível do carbonato de cálcio referido está compreendido entre 10 e 25% em peso do papel.

Com referência aos agentes de enchimento de carbonato de cálcio utilizados na prática da presente invenção, são preferíveis os carbonatos de cálcio precipi



tados, ou moídos, sendo o carbonato de cálcio precipitado o mais preferído.

Em adição ao carbonato de cálcio, outros agentes de enchimento,pigmentos,extensores e/ou opacificadores tais como dióxido de titânio, argila e talco podem ser adicionados à suspensão do papel de acordo com a técnica anterior de fabrico de papel ou podem ser adicionados ao grânulo com vesículas durante a produção dos grânulos.

Por grânulos de polímero com vesículas quer-se significar grânulos de polímero, de preferência, grânulos esféricos que possuem uma estrutura semelhante a células, sendo as paredes proporcionadas pelo polímero. Os grânulos são constituidos por uma pluralidade de células ou vesículas (isto é, eles não são mono-celulares ou análogos a balões) e embora as vesículas não sejam necessariamente de tamanho uniforme, a proporção entre o diâmetro do grânulo e o diâmetro médio individual da vesícula é geralmente de pelo menos 5:1. As vesículas ocupam normalmente de 5 a 95% do volume total dos grânulos e o diâmetro máximo das vesículas é de 20 micra. Os volumes de vesículas inferiores estão normalmente associados com grânulos de elevada resistência mecânica que são particularmente adequados para algumas aplicações mas, para conseguir os efeitos de opacidade mais adequados, as vesículas ocupam, normalmente, pelo menos 20% do volume total dos grânulos, de preferência 20 - 75% do volume.

Assim, numa forma de realização preferêncial, esta invenção proporciona um papel alcalino, como aqui anteriormente descrito,em que os referidos grânulos possuem um diâmetro de 1 a 100 micra, sendo a proporção entre o diâmetro do grânulo e o diâmetro médio da vesícula de pelo menos 5:1,com um diâmetro máximo das vesículas de 20 micra, e com um volume de vesículas de 5 a 95% do volume do grânulo.

Os grânulos possuem paredes sólidas essencialmente contínuas e possuem um tamanho de partícula alvo pré-seleccionado. Numa gama larga os grânulos podem possuir um diâmetro médio de 1 a 100 micra. Em geral verifi



ca-se que os grânulos que possuem um diâmetro médio de 1 a 50 micra são os agentes de opacidade mais valiosos.

É também habitual incorporar na matéria prima diluída, imediatamente antes da formação sobre a peneira, pequenas quantidades de auxiliares de retenção de poli-electrólitro para produzir uma retenção melhorada dos agentes de enchimento minerais inorgânicos e quaisquer frações finas dos materiais celulósicos sobre a peneira durante a formação da folha. No fabrico de papel alcalino é habitual utilizar um sistema auxiliar de retenção dual. Utiliza-se um auxiliar de retenção catiónico para preparar ou "condicionar" a matéria prima antes da adição dum auxiliar de retenção aniónico. O sistema auxiliar de retenção dual é normalmalmente constituido por poli-electrólitos, por exemplo, poli-acrilamidas e poli-etilenoiminas.

É também possível obter a retenção nas matérias primas alcalinas utilizando um auxiliar de retenção polimérico único, por exemplo, poli-acrilamida.

Um aspecto adicional da presente invenção são as composições aquosas alcalinas, o que na presente especificação significam qualquer composição de pH 7 ou superior utilizada na preparação dos papeis da presente invenção, aqui anteriormente descritas.

Consequentemente esta invenção proporciona,adicionalmente, uma composição aquosa alcalina constituida por um material fibroso, 1,0 a 10% de grânulos com vesículas poliméricas, e 5 a 35% de agente de enchimento carbonato de cálcio em que as percentagens expressas são as percentagens em peso do papel resultante, produzido a partir da composição referida.

A pasta aquosa dos grânulos de poliéster com vesículas que se forma de acordo com a técnica descrita na Patente Norte Americana Nº. 4.808.633 pode utilizar-se directamente em aplicações finais de papel húmido. A pasta aquosa dos grânulos de poliéster com vesículas pode também ser desumidificada por qualquer meio conveniente, por exemplo pelo método descrito na Patente Norte Americana Nº. 4.154.923 e dispersa de novo, subsequentemente, num meio a-



quoso ou não aquoso antes de ser incorporado na matéria prima do papel.

A componente polpa, do papel alcalino a ser produzido, pode ser formada em parte ou totalmente a partir de polpas de madeira dura,madeira macia e reciclada e/ou partida,se desejado,incorporando um agente de agregação interno,por exemplo, emulsão de alquil-ceteno-dímero ou anidrido alquil-succiníco.

Em geral, verificou-se, para os objectivos da presente invenção, que o limite superior de utilização para os grânulos poliméricos com vesículas é de 10 por cento em peso dos sólidos totais do papel. Devido ao custo dos grânulos com vesículas poliméricas e a uma diminuição na melhoria das propriedades físicas para níveis elevados de grânulos, é preferível que o nível de grânulos seja menor do que 5 por cento em peso e mesmo, mais preferível, menor do que 3 por cento em peso.

Esta invenção descreve-se, adicionalmente, com referência, apenas a título de exemplo aos exemplos seguintes, nos quais todas as partes são expressas em peso.

Exemplo 1

Prepararam-se grânulos de resina de poliéster com vesículas pigmentados possuindo um diâmetro máximo de 10 micra (percentil 95), um diâmetro médio de 5,2 micra, utilizados na prática da presente invenção, de acordo com a técnica do Exemplo 1 da Patente Norte Americana 4.808.633 mas com a formulação seguinte:

GRUPO	MATERIAL		PARTES (p/p)
A	água		3.088
	agente-tensioactivo	(1)	1.595
	anti-espumante	(2)	0.016
B	pigmento de dióxido de titânio	(3)	10.601
C	água		1.029
D	poliéster	(4)	8.686
	estireno		4.817
	óxido de magnésio		0.045
E	água		1.647
F	hidroxi-etil-celulose	(5)	4.117
	solução de poli(vi-nil-álcool)	(6)	6.175
	agente tensio-activo	(1)	0.103
	água		30.934
G	água		24.701
H	hidro-peróxido de cumeno		0.206
	di-etileno-tri-amina		0.051
	sulfato ferroso		0.003
I	bactericida	(7)	0.021
	solução de amónia	(8)	0.165
	espessador	(9)	2.000



(1) Um sal de amónio com 28% em peso de sólidos de um alquil-fenoxi-poli(etileno-oxi)-etanol sulfatado (ex. GAF Corp. Alipal* CO-436)

(2) Anti-espumante Foamaster* NSI (exemplo Diamond Shamrock) ou Bevaloid* 60 (exemplo Imperial Chemical Industries PLC)

(3) Pigmento de dióxido de titânio Ti Pure* R900 (exemplo Dupont)

(4) Uma solução com 65% em peso de sólidos, numa proporção 3,74/2,34/0,912 (molar), de propileno-glicol/anidrido maleíco/solução de anidrido ftálico em estireno.

(5) Uma solução aquosa com 1,5% em peso de sólidos de Natrosol* 250 HR (exemplo Hercules)

(6) uma solução aquosa com 7,5% em peso de sólidos de Poval* 224G.

(7) Bactericida Proxel* GxL (Exemplo Imperial Chemical Industries PLC).

(8) Uma solução de amónia concentrada a 0,9 disponível comercialmente.

(9) Acrysol* ASE-60 (exemplo Rohm & Haas)

* marca registada

QUADRO A

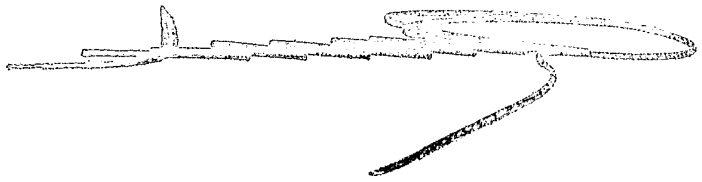
Propriedades	10 micron Pigmentet Vesiculated Granules	
Densidade dos grânulos secos	0,59 g/ml	
% de vesículas (1)	65%	
Sólidos em peso	21,2	
Sólidos em volume	36%	micra
Dimensão máxima do grânulo (2)	12	micra
Dimensão média de grânulos	5,2	micra
Dimensão mínima do grânulo	3	micra
Dimensão em peso da vesícula (3)	0,5-3,0	micra
Superfície de poros sobre o grânulo	<0,2	micra
Espessura da parede do grânulo	0,1-0,5	micra

NOTA:

(1) % de vesículas determinada por medição de poros por mercúrio

(2) dimensão do grânulo determinada por Granulómetro de Difracção Laser

(3) diâmetros internos medidos utilizando Microscópico Electrónica de Varrimento



Nestes exemplos utilizam-se os termos seguinte:
Liberdade da polpa é uma medida da velocidade de drenagem da água através da polpa e é medida de acordo com a TAPPI (Technical Association of Pulp and Paper Industry) Standard T 227 om-75 e é referida como Canadian Standard Freeness, medida em mililitros.

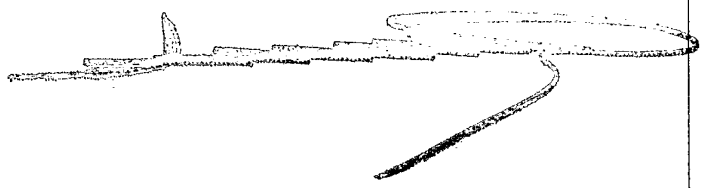
A opacidade da folha de papel é expressa como uma proporção entre o contraste e a opacidade (Opacidade C/R) e é medida de acordo com TAPPI Standard T 425 om-81 utilizando luz com um comprimento de onda de 572 manómetros;

O termo folha feita à mão é utilizado para referir uma folha de papel produzida de acordo com e empregando o equipamento descrito na TAPPI Standard T 205 om-81; e

O condicionamento refere-se à atmosfera condicionada a 23,0ºC +/- 1ºC e 50,0% +/-2,0% de humidade relativa a que as folhas de papel estão expostas de acordo com a TAPPI Standards T 405 om-83.

Prepararam-se folhas feitas à mão, como aqui discutido a seguir no Exemplo 2 pelo procedimento geral seguinte .

Os sólidos nas pastas de polpa finais eram constituidos de polpas Kraft de madeira dura ou madeira macia totalmente branqueada que foram embebidas em água durante quatro horas e foram refinadas até um Canadian Standard Freeness (CSF) de 400 ou 600 mililitros. Depois de refinadas misturaram-se as pastas conjuntamente e depois dividiram-se em amostras individuais de polpa calculadas para produzir um peso base alvo quando combinadas com os agentes de enchimento. Dispersaram-se as amostras de polpa em água, e adicionou-se auxiliar de retenção polimérica catiónica. A adição de agentes de enchimento,incluindo o carbonato de cálcio e os grânulos com vesiculas poliméricas, foi seguida da adição do auxiliar de retenção polimérica aniónica. Controlou-se o pH da matéria prima em 7,8 a 8,2 pela adição de hidróxido de sólido diluído, conforme necessário.



Subsequentemente passou-se a matéria prima através de um formador de folha e comprimiu-se e acondicionou-se a folha feita à mão resultante.

Exemplo 2

Efectuou-se o procedimento geral anterior para a peparação de folhas feitas à mão para preparar várias amostras diferentes para ensaio das propriedades físicas. A matéria prima incluía uma mistura de polpa de papel de madeira dura/madeira mole totalmente branqueada (50/50) e agente de enchimento ou misturas de agentes de enchimento constituídas por grânulos com vesículas poliméricos (PVG), carbonato de cálcio precipitado (PCC), e/ou dióxido de titânio (TiO_2). A polpa de madeira dura possuía um CSF de 400 mililitros e a de madeira mole possuia um CSF de 600 mililitros. O PCC possuia uma dimensão de partículas média de 1,2 micra e possuia uma forma de cristal escalenoédrica. Os auxiliares de retenção eram poli-acrilamidas catiónicas e aniónicas disponíveis comercialmente. Ensaiaram-se as propriedades físicas das várias folhas feitas à mão de acordo com os métodos de ensaio padrão TAPPI para o papel, seguintes:

T220 OM-88	Ensaio físico das folhas de polpa feitas à mão
T403 OM-85	Resistência à ruptura do papel
T494 OM-88	Resistência à tracção

Apresentam-se os resultados no Quadro B.

No Quadro B, a folha feita à mão número 16 que não contém pigmento,agente de enchimento, ou grânulos com vesículas poliméricas e é apenas constituída de material fibroso, apresenta propriedades físicas superiores à das outras folhas feitas à mão. No entanto esta folha feita à mão possui o custo mais elevado de todas as folhas feitas à mão visto que inclui apenas fibra de polpa e possui a mais baixa opacidade C/R.

A opacidade das folhas feitas à mão 1 a 15,folhas feitas à mão que incluem carbonato de cálcio, dióxido de titânio e/ou grânulos com vesículas poliméricas, é aproximadamente igual, com a opacidade a aumentar, de um



modo geral, à medida que aumenta o nível do agente de enchimento total.

Com vista a comparar o efeito dos grânulos com vesículas poliméricas sobre as propriedades físicas das folhas feitas à mão produzidas, incluiram-se nas Figuras,gráficos das várias propriedades em função, do nível do agente de enchimento total, em que:

A Figura 1 representa um gráfico do índice de tracção em função da % de agente de enchimento;

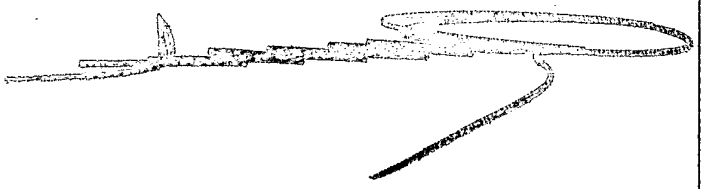
A Figura 2 representa um gráfico do comprimento de reptura em função da % do agente de enchimento;

A Figura 3 representa um gráfico da % de extensão em função da % do agente de enchimento;

A Figura 4 representa um gráfico do índice TEA em função da % de agente de enchimento;

A Figura 5 representa um gráfico do índice de ruptura em função da % do agente de enchimento;

A Figura 6 representa um gráfico do índice de dilaceramento em função da % do agente de enchimento;



QUADRO B

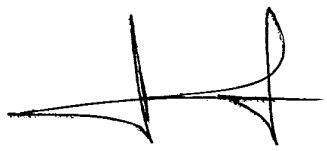
Nº.	% de Agente de enchimento Total	PCC %[a]	PVG %[a]	TiO_2 %[a]	Índice de tracção	Comprimento de ruptura	% Extensão	TEA Índice	Índice de Ruptura	Índice de dilaceramento	C/R Opacidade
1	11.97	10.65	1.32	0	17.96	1.82	2.18	289	0.96	14.15	92.3
2	14.43	11.94	2.49	0	17.72	1.81	2.42	322	1.05	13.96	93.6
3	16.93	15.84	1.09	0	14.51	1.48	1.94	204	0.74	11.90	92.4
4	16.85	14.84	2.01	0	14.33	1.46	2.19	232	0.74	10.63	93.9
5	21.75	20.91	0.84	0	10.36	1.06	1.63	122	0.40	6.07	94.6
6	21.69	19.97	1.72	0	14.10	1.44	2.17	231	0.72	7.71	94.0
7	11.80	10.39	0	1.41	16.93	1.72	2.00	248	0.86	13.05	93.6
8	11.58	9.30	0	2.28	17.19	1.75	2.16	276	0.85	12.08	93.3
9	15.64	14.79	0	0.85	12.32	1.26	1.64	149	0.53	8.49	94.1
10	14.89	13.38	0	1.51	11.49	1.17	1.63	141	0.54	7.89	93.7
11	20.70	19.81	0	0.89	8.88	0.91	1.52	99	0.33	6.56	94.6
12	21.71	19.83	0	1.88	9.10	0.93	1.44	97	0.33	6.87	93.2
13	12.69	12.69	0	0	13.20	1.35	1.84	183	0.62	10.33	93.5
14	17.85	17.85	0	0	10.49	1.07	1.53	119	0.36	7.39	93.7
15	23.22	23.22	0	0	8.56	0.87	1.46	92	0.30	6.43	94.4
16	0	0	0	0	23.31	2.38	3.07	551	1.56	17.18	89.6

[a] = % em peso na folha final

Unidades : Índice de Tracção : Nm/g
Comprimento de ruptura : km
Índice TEA (Absorção de Energia de Tracção) : MJ/g
Índice de ruptura : $KPa.m^2/g$
Índice de Dilaceramento : $mN.m^2/g$
Proporção contraste / Opacidade (C/R) media a 572 nm.

Na figura 1 pode ver-se que o índice de tracção das folhas feitas à mão ensaiadas diminui, geralmente, à medida que aumenta o nível do agente de enchimento. A linha a cheio representa os resultados obtidos para as folhas feitas à mão 13 a 15 em que o único agente de enchimento utilizado é o carbonato de cálcio precipitado. A linha a tracejado indica o índice de tracção das folhas feitas à mão 7 a 12, folhas feitas à mão que contêm carbonato de cálcio e dióxido de titânio. Os pontos remanescentes representados na Figura 1 são resultados do índice de tracção para as folhas feitas à mão contendo carbonato de cálcio e grânulos com vesículas poliméricos, folhas feitas à mão, que são numeradas de 1 a 6 na Tabela B. É notóriamente evidente que estas folhas feitas à mão possuem uma resistência à tracção melhor do que as folhas feitas à mão que não contêm grânulos, para todos os níveis do agente de enchimento total.

De modo semelhante nas Figuras 2 a 6 em que se representam os resultados obtidos para o comprimento de ruptura, % de extensão, índice TEA, índice de ruptura e índice de dilaceramento em função da % do nível do agente de enchimento, as folhas feitas à mão constituídas por grânulos com vesículas poliméricos são superiores, em quase todos os exemplos, às folhas feitas à mão que não contêm grânulos.



R E I V I N D I C A Ç Õ E S

- 1ª -

Processo para a preparação de uma composição aquosa alcalina caracterizado por se incorporar um material fibroso, 1,0 a 10% de grânulos poliméricos em vesículas, 5 a 35% de enchimento de carbonato de cálcio sendo as percentagens expressas em peso do papel resultante produzido a partir da referida composição.

- 2ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por os referidos grânulos terem um diâmetro médio de 1 a 100 micra, a proporção entre o diâmetro dos grânulos é o diâmetro médio das vesículas ser pelo menos 5:1, o diâmetro máximo das vesículas ser de 20 micra, e o volume das vesículas ser de 5 a 95% do volume do grânulo.

- 3ª -

Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por se obter um papel em que os referidos grânulos possuirem um diâmetro médio entre 1 e 50 micra.

- 4ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se obter um papel que compreende 1,0 a 5,0% em peso dos referidos grânulos.

- 5ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se obter um papel que compreende 10 a 25% em peso de carbonato de cálcio.

- 6ª -

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1, 2 ou 3 caracterizado por se obter um papel em que o carbonato de cálcio referido está sob forma precipitada.

- 7ª -

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1, 2 ou 3 caracterizado por se incorporar adicionalmente um auxiliar de retenção.

- 8ª -

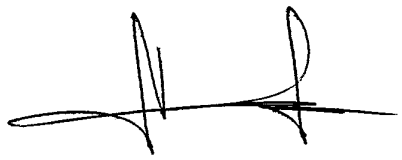
Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1, 2 ou 3 caracterizado por se incorporar adicionalmente enchimentos ou pigmentos utilizados na fabricação convencional do papel.

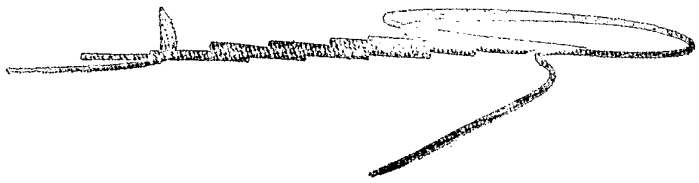
- 9ª -

Papel alcalino caracterizado por ser obtido pelo processo de acordo com qualquer das reivindicações anteriores.

A requerente reivindica a prioridade do pedido norte-americano em 21 de Setembro de 1989, sob o número de série 07/410,466.

Lisboa, 20 de Setembro de 1990.



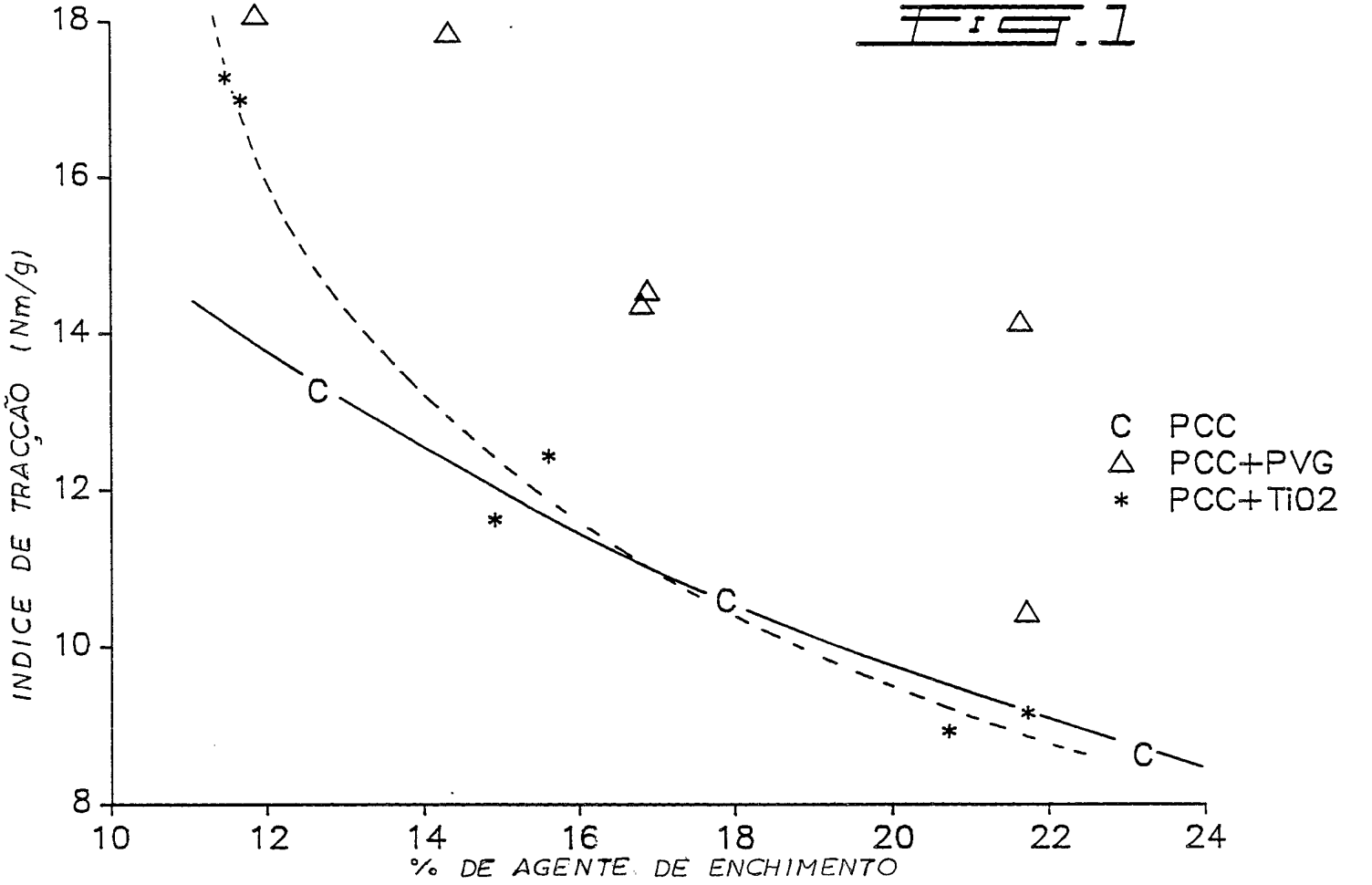


R E S U M O

"PAPEL ALCALINO CONTENDO GRÂNULOS POLIMÉRICOS"

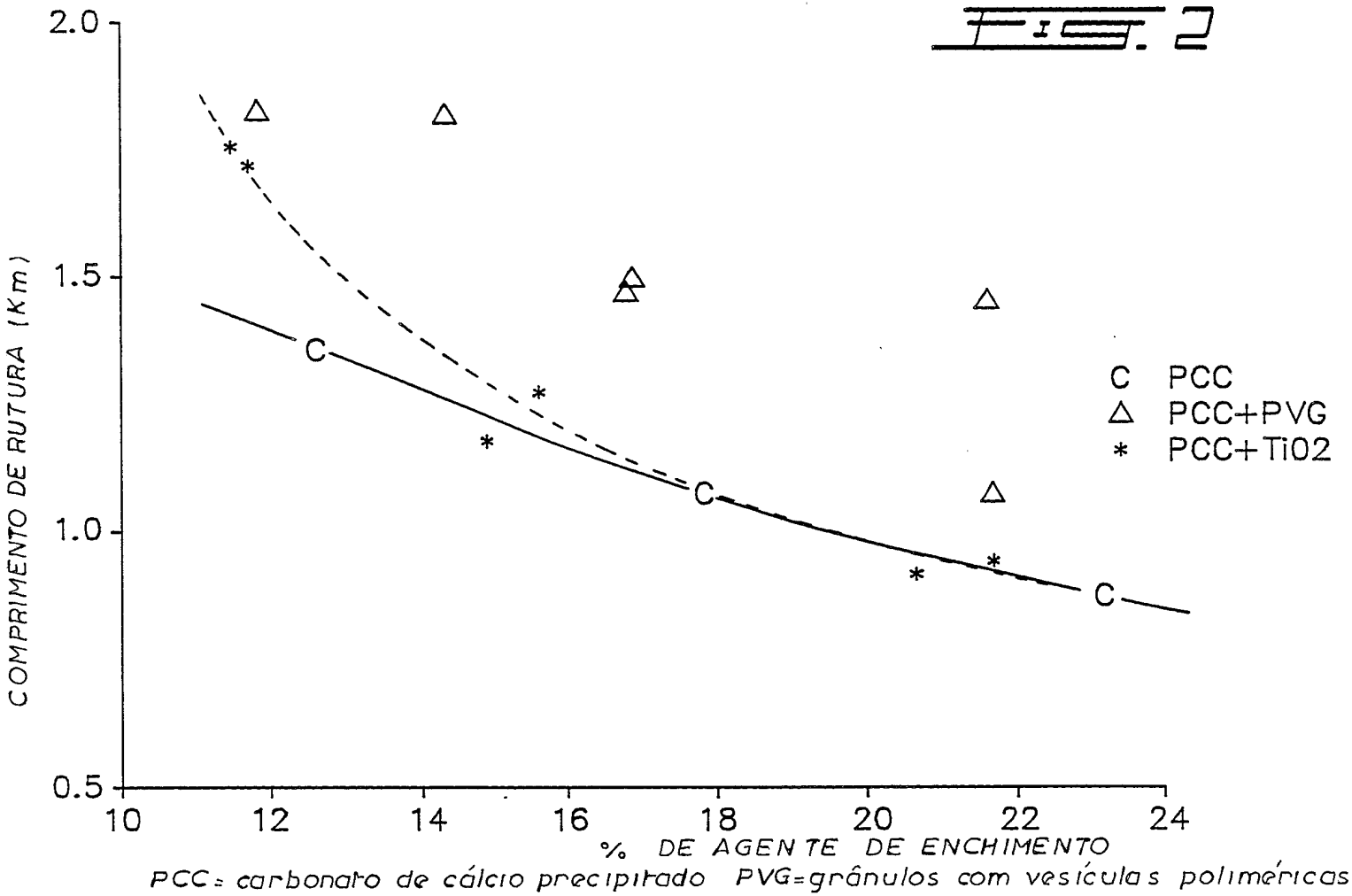
A invenção refere-se a um papel alcalino que compreende um material celulósico fibroso, 1,0 a 10,0 % em peso de grânulos poliméricos em vesículas, e 5 a 35% de enchimento de carbonato de cálcio.

FIG. 1



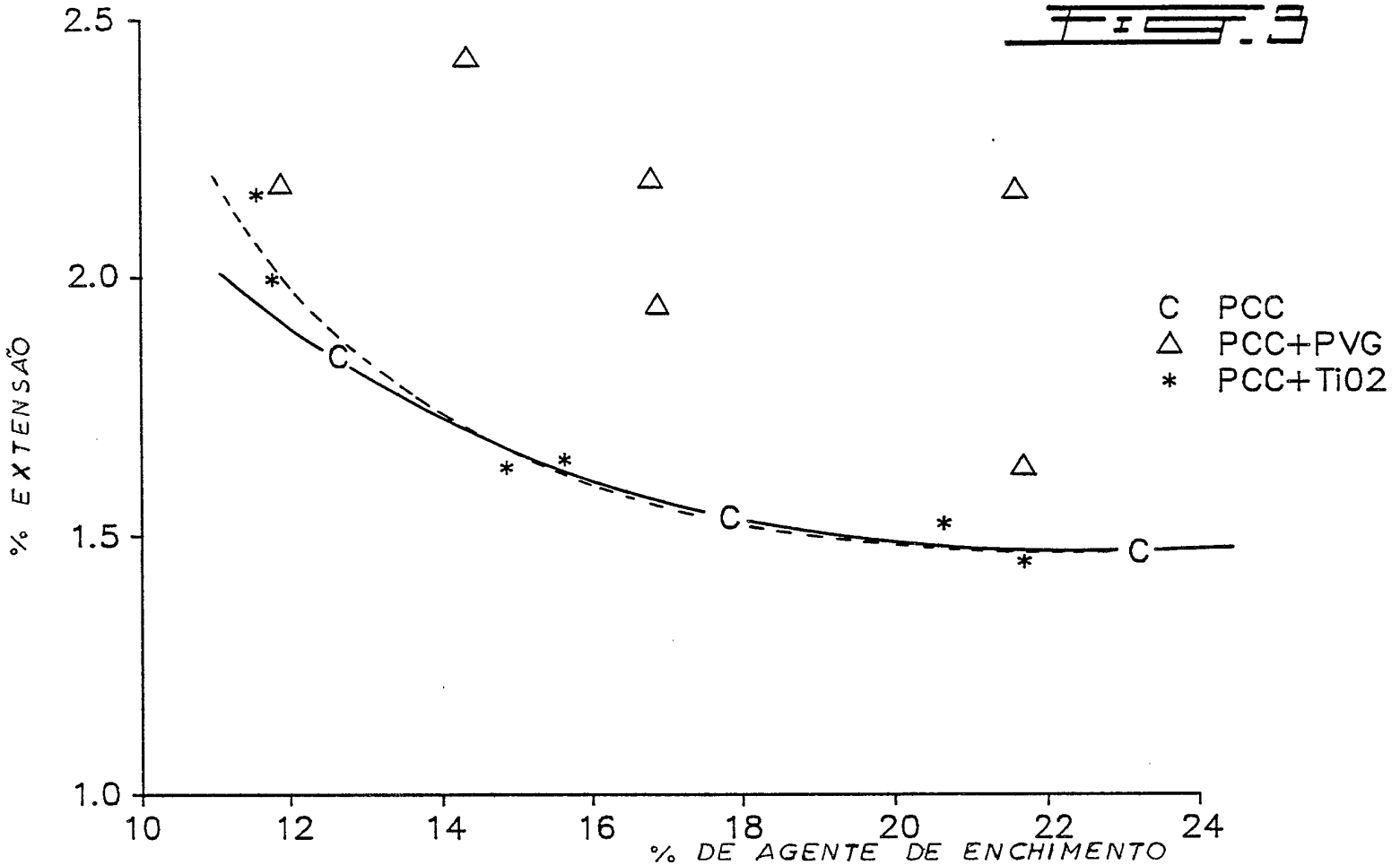
PCC= carbonato de cálcio precipitado PVG=grânulos com vesículas poliméricas

Fig. 2



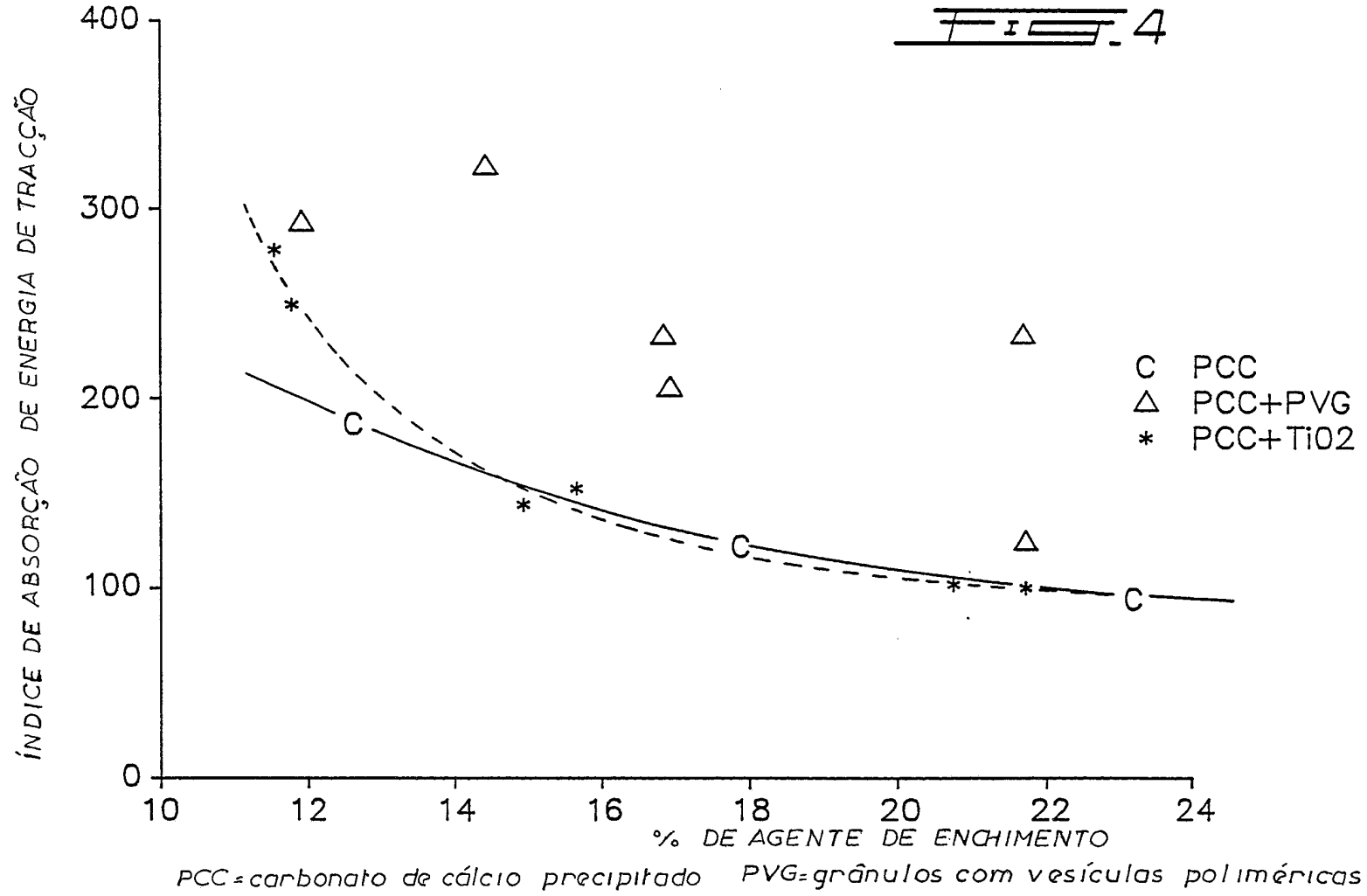
PCC= carbonato de cálcio precipitado PVG=grânulos com vesículas poliméricas

FIG. 3



PCC = carbonato de cálcio precipitado PVG = grânulos com vesículas poliméricas

FIG. 4



PCC = carbonato de cálcio precipitado PVG = grânulos com vesículas poliméricas

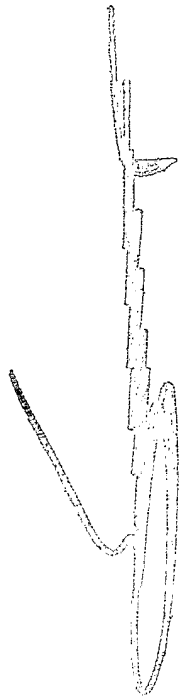
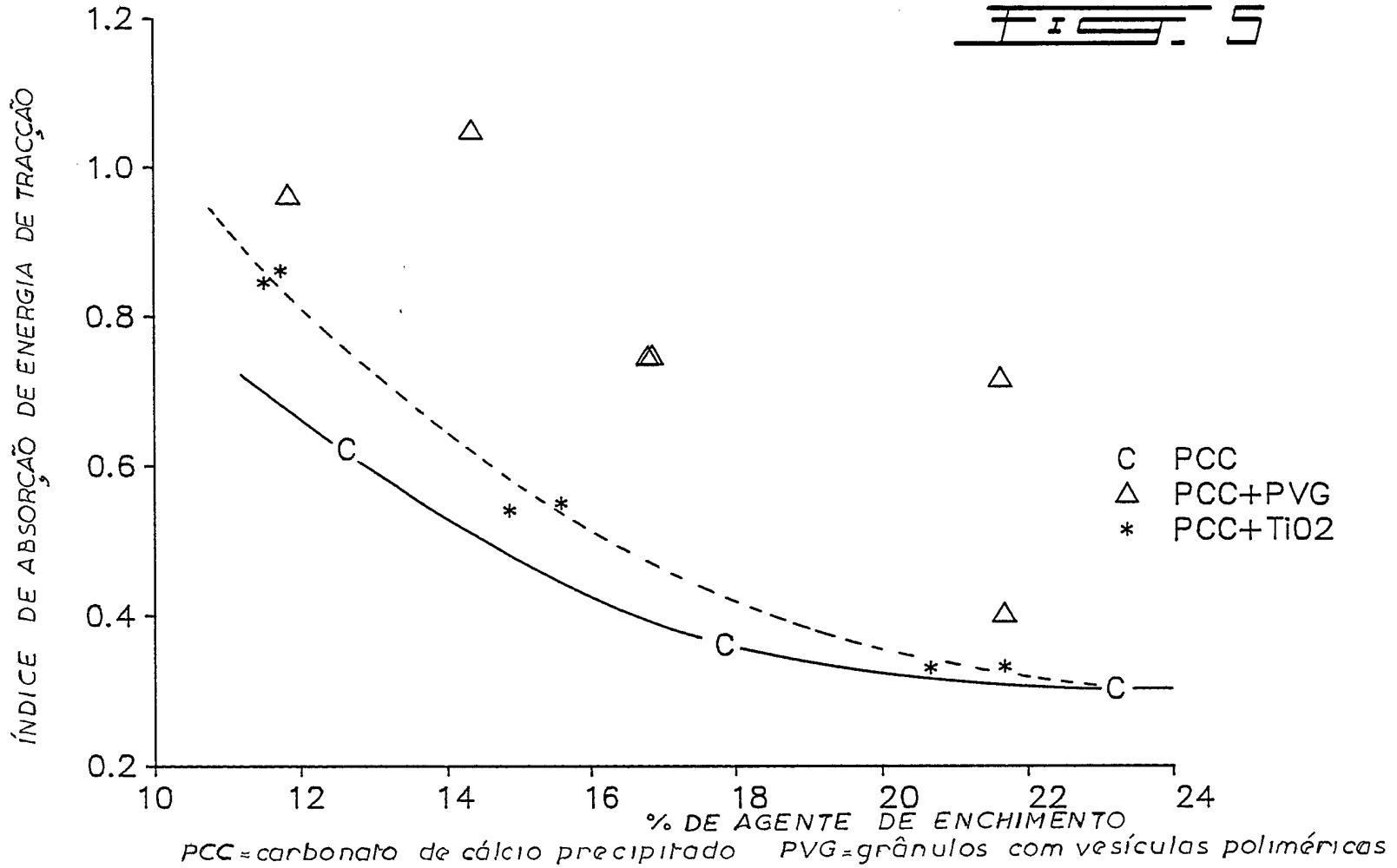
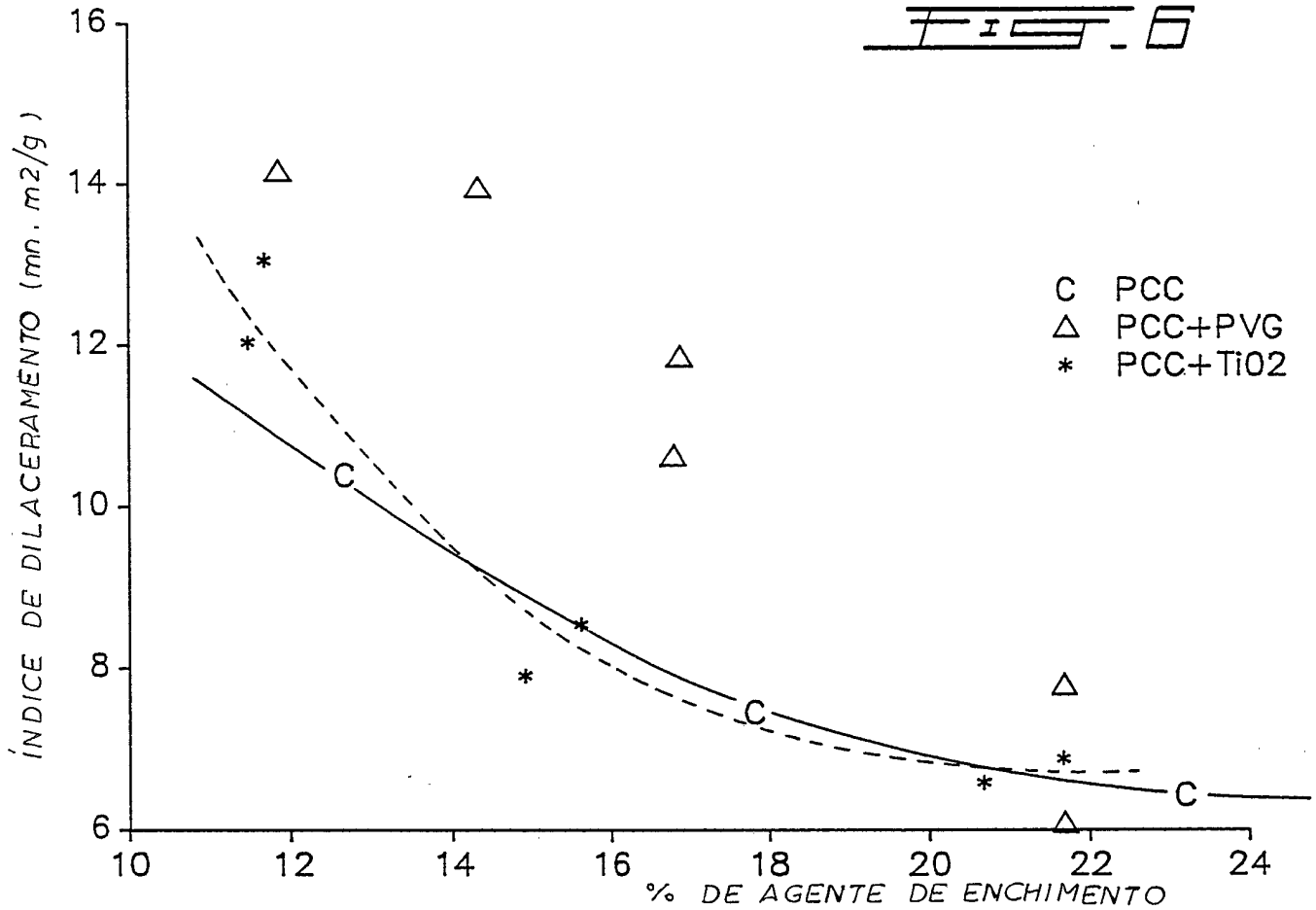


FIG. 5



PCC = carbonato de cálcio precipitado PVG = grânulos com vesículas poliméricas

FIG 6



PCC = carbonato de cálcio precipitado PVG=grânulos com vesículas poliméricas