República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 122021020689-9 B1

(22) Data do Depósito: 14/03/2014

(45) Data de Concessão: 10/01/2023

(54) Título: PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE CELULOSE MICROFIBRILADA COM ATRIBUTOS APRIMORADOS PARA A PRODUÇÃO DE UM PRODUTO DE PAPEL

(51) Int.Cl.: D21H 11/18; D21H 21/20.

(30) Prioridade Unionista: 15/03/2013 EP 13290070.5.

(73) Titular(es): IMERYS MINERALS LIMITED.

(72) Inventor(es): KAI LEE; GUILLAUME TELLIER; FELIX JOHN GUNNAR BACON; DAVID ROBERT SKUSE.

(86) Pedido PCT: PCT EP2014055102 de 14/03/2014

(87) Publicação PCT: WO 2014/140275 de 18/09/2014

(85) Data do Início da Fase Nacional: 15/10/2021

(62) Pedido Original do Dividido: BR112015022072-0 - 14/03/2014

(57) Resumo: A presente invenção refere-se a um processo para modificar os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel de celulose microfibrilada, uma suspensão aquosa que compreende a dita celulose microfibrilada e composições de fabricação de papel e produtos de papel que compreendem a dita celulose microfibrilada.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE CELULOSE MICROFIBRILADA COM ATRIBUTOS APRIMORADOS PARA A PRODUÇÃO DE UM PRODUTO DE PAPEL".**

Dividido do BR112015022072-0, depositado em 14.03.2014.

CAMPO DA TÉCNICA

[001] A presente invenção refere-se a um processo para modificar os atributos otimizadores de resistência à ruptura de papel de celulose microfibrilada, a uma suspensão aquosa que compreende a dita celulose microfibrilada, e a composições de fabricação de papel e produtos de papel que compreendem a dita celulose microfibrilada.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

[002] Na fabricação de papel, cargas minerais são comumente adicionadas. Embora isto possa, em algumas circunstâncias reduzir a resistência mecânica do papel, isto é, em relação a um papel feito puramente a partir de uma polpa fibrosa, que é tolerada, pois a resistência mecânica (embora reduzida) ainda é aceitável e há um benefício de custo, qualidade e ambiental por ser capaz de reduzir a quantidade de fibra no papel. Uma propriedade comum para avaliar a resistência mecânica de papel é a resistência à ruptura do papel. Tipicamente, um papel feito puramente a partir de uma polpa fibrosa terá uma resistência à ruptura de papel maior que um papel comparável em que uma porção da polpa fibrosa foi substituída por uma carga mineral. A resistência à ruptura do papel do papel carregado pode ser expressa como uma porcentagem da resistência à ruptura do papel do não carregado.

[003] WO-A-2010/131016 descreve um processo para a preparação de celulose microfibrilada que compreende microfibrilar, por exemplo, por moagem, um material fibroso que compreende celulose, opcionalmente na presença de um meio de moagem e material particulado inorgânico. Quando usada como uma carga em papel, por

exemplo, como uma substituição ou substituição parcial de uma carga mineral convencional, a celulose microfibrilada obtida pelo dito processo, opcionalmente em combinação com o material particulado inorgânico, foi inesperadamente identificada por aprimorar as propriedades de resistência à ruptura do papel. Isto é, em relação a um papel carregado com carga exclusivamente mineral, o papel carregado com a celulose microfibrilada foi identificado por ter resistência à ruptura aprimorada. Em outras palavras, a carga de celulose microfibrilada foi identificada por ter atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel. Em uma modalidade particularmente vantajosa daquela invenção, o material fibroso que compreende celulose foi moído na presença de um meio de moagem, opcionalmente em combinação com material particulado inorgânico, para obter celulose microfibrilada com uma inclinação de fibra a partir de 20 a cerca de 50.

[004] Embora a celulose microfibrilada obtenível pelos processos descritos em WO-A-2010/131016 tenha sido revelada como tendo atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel vantajosos, poderia ser desejado ter a capacidade de modificar, por exemplo, aprimorar ainda mais, um ou mais atributos otimizadores de propriedades de papel de celulose microfibrilada, por exemplo, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel de celulose microfibrilada.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

[005] De acordo com um primeiro aspecto, proporciona-se um processo para tratar celulose microfibrilada, sendo que o dito processo compreende submeter uma suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e, opcionalmente, material particulado inorgânico a alto cisalhamento, em que o alto cisalhamento é gerado, pelo menos em parte, por um elemento cisalhante móvel. O tratamento vantajosamente modifica, por exemplo, aprimora, um atributo otimizador de propriedades de papel da celulose microfibrilada, por exemplo, os atribu-

tos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada.

[006] De acordo com um segundo aspecto, o processo do primeiro aspecto compreende adicionalmente preparar uma composição de fabricação de papel que compreende celulose microfibrilada, e, opcionalmente, material particulado inorgânico, obtenível pelo processo do primeiro aspecto.

[007] De acordo com um terceiro aspecto, o processo do segundo aspecto compreende adicionalmente preparar um produto de papel a partir da composição de fabricação de papel.

[008] De acordo com um quarto aspecto, proporciona-se uma suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada, e, opcionalmente, material particulado inorgânico, obtenível pelo processo do primeiro aspecto da presente invenção.

[009] De acordo com um quinto aspecto, proporciona-se uma composição de fabricação de papel obtenível pelo processo do segundo aspecto da presente invenção.

[0010] De acordo com um sexto aspecto, proporciona-se um produto de papel obtenível pelo processo do terceiro aspecto da presente invenção, em que o produto de papel tem uma primeira propriedade de papel (por exemplo, resistência à ruptura) que é maior que uma segunda propriedade de papel (por exemplo, resistência à ruptura) de um produto de papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada antes de alto cisalhamento.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[0011] A Figura 1 é uma representação esquemática, em vista plana, de uma configuração de rotor/estator adequada para uso na presente invenção.

[0012] A Figura 2 é uma representação esquemática, em vista plana, de outra configuração de rotor/estator adequada para uso na

presente invenção.

[0013] A Figura 3 é um diagrama esquemático de um processo integrado para preparar celulose microfibrilada que tem atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel modificados, por exemplo, aprimorados.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[0014] O processo para tratar celulose microfibrilada compreende submeter uma suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e, opcionalmente, material particulado inorgânico a alto cisalhamento, em que o alto cisalhamento é gerado, pelo menos em parte, por um elemento cisalhante móvel. O tratamento vantajosamente modifica, por exemplo, aprimora, um atributo otimizador de propriedades de papel da celulose microfibrilada. A propriedade de papel pode ser uma propriedade mecânica e/ou uma propriedade óptica. Em determinadas modalidades, a propriedade de papel é uma propriedade mecânica.

[0015] Em determinadas modalidades, o processo serve para modificar, por exemplo, aprimorar, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel de celulose microfibrilada e compreende submeter a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e, opcionalmente, material particulado inorgânico a alto cisalhamento, em que o alto cisalhamento é gerado, pelo menos em parte, por um elemento cisalhante móvel, para modificar os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada.

[0016] Conforme usado no presente documento, o termo ‘alto cisalhamento’ significa que a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada é submetida a cisalhamento que é suficiente para tratar a celulose microfibrilada para modificar, por exemplo, aprimorar, um atributo otimizador de propriedades de papel da celulose microfibrilada. Em determinadas modalidades, a celulose microfibrilada é subme-

tida a alto cisalhamento que é suficiente para modificar, por exemplo, aprimorar, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada. Vantajosamente, a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada é submetida a cisalhamento que é suficiente para aprimorar um atributo otimizador de propriedades de papel da celulose microfibrilada, por exemplo, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada. Um elemento versado na técnica será capaz de determinar o cisalhamento que é suficiente para aprimorar um atributo otimizador de propriedades de papel da celulose microfibrilada, por exemplo, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada, por métodos convencionais, por exemplo, ao comparar, de maneira adequadamente controlada, os atributos otimizadores de propriedades de papel da celulose microfibrilada (por exemplo, os atributos de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada) antes do tratamento por cisalhamento e os atributos otimizadores de propriedades de papel da celulose microfibrilada (por exemplo, os atributos de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada) após o tratamento por cisalhamento. Detalhes adicionais de tais análises são fornecidos abaixo nos Exemplos.

[0017] Em determinadas modalidades, a propriedade de papel é selecionada a partir de um ou mais dentre: resistência à ruptura, índice de ruptura, resistência à tração, resistência à direção z (ligação interna (*Scott bond*)), resistência ao rasgo, porosidade, lisura e opacidade.

[0018] Um elemento cisalhante móvel é uma parte ou componente que gera, pelo menos em parte, cisalhamento mecânico. Como usado no presente documento, ‘cisalhamento mecânico’ significa o cisalhamento gerado pela ação de uma parte ou componente mecânico móvel sobre o material que está sendo submetido a cisalhamento e, adicionalmente, cisalhamento que é gerado na ausência substancial de

uma queda de pressão. Um exemplo de um aparelho que conta com o cisalhamento gerado por uma queda de pressão é um homogeneizador. Tipicamente, em tal aparelho, o material de alimentação passa de uma zona de alta pressão para uma zona de baixa pressão através de uma válvula com um vão ajustável, porém fixo, às vezes referida como uma válvula de homogeneização. Em um homogeneizador, portanto, não há elemento cisalhante móvel que aplica diretamente o cisalhamento ao material.

[0019] Em determinadas modalidades, o cisalhamento é gerado pela ação de uma parte ou componente mecânico móvel com uma parte ou componente complementarmente fixo, isto é, estacionário, em que cada ou tanto a parte ou componente mecânico móvel como a parte ou componente complementarmente fixo tem mais de uma abertura, por exemplo, mais de 100 aberturas, ou mais de 1000 aberturas. Em determinadas modalidades, pelo menos a parte ou componente complementarmente fixo tem mais de uma abertura, por exemplo, mais de 100 aberturas, ou mais de 1000 aberturas.

[0020] Em determinadas modalidades, o termo "alto cisalhamento" significa uma taxa de cisalhamento de pelo menos cerca de 10.000 s^{-1}, por exemplo, uma taxa a partir de cerca de 10.000 s^{-1} a cerca de 120.000 s^{-1}, ou de cerca de 20.000 s^{-1} a cerca de 120.000 s^{-1}, ou de cerca de 40.000 s^{-1} a cerca de 110.000 s^{-1}, ou de cerca de 60.000 s^{-1} a cerca de 100.000 s^{-1}, ou de cerca de 70.000 s^{-1} a cerca de 90.000 s^{-1}, ou de cerca de 75.000 s^{-1} a cerca de 85.000 s^{-1}.

[0021] Em determinadas modalidades, o elemento cisalhante móvel é uma parte ou componente de um aparelho de mistura de alto cisalhamento. O elemento cisalhante móvel é alojado dentro do aparelho de mistura de alto cisalhamento e aplica diretamente cisalhamento à celulose microfibrilada. Em determinadas modalidades, o elemento cisalhante móvel é um rotor que tem meios de mistura em uma extre-

midade que é alojada ou posicionada próxima a um componente ou compartimento fixo, não móvel como um estator, e o meio de mistura gira em torno de um eixo geométrico central dentro do componente ou compartimento fixo e aplica diretamente cisalhamento à celulose microfibrilada. A velocidade de rotação do rotor e, assim, do meio de mistura, é suficiente para gerar alto cisalhamento. O meio de mistura pode ser qualquer forma adequada que inclua, por exemplo, uma pluralidade de dentes, ou um impulsor ou pás, e similares, dispostos em torno do eixo geométrico central do rotor.

[0022] Em determinadas modalidades, o componente ou compartimento fixo é um estator de formato cilíndrico que tem um diâmetro maior que a extensão radial do meio de mistura de modo que à medida que o meio de mistura gira em torno de um eixo geométrico central do rotor haja um vão entre a extremidade do meio de mistura e a superfície interna do estator, às vezes referido como um vão sem contato. Com referência à Figura 1, que é uma representação esquemática (em vista plana) de uma configuração de rotor/estator exemplificativa, o raio, R_1, do estator 1 é maior que a extensão radial das pás de rotor 3 colocadas em torno de um eixo geométrico de rotação central 5 do rotor 7, criando um vão 9. O vão é suficientemente pequeno de modo que uma zona de alto cisalhamento seja formada em que a celulose microfibrilada é submetida a cisalhamento adicional que é suficientemente alto para modificar, por exemplo, aprimorar, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada. Em determinadas modalidades, o vão é menor que cerca de 1 mm, por exemplo, menor que cerca de 0,9 mm, ou menor que cerca de 0,8 mm, ou menor que cerca de 0,7 mm, ou menor que cerca de 0,6 mm, ou menor que cerca de 0,5 mm. O vão pode ser maior que cerca de 0,1 mm. O cisalhamento é a diferença de velocidade entre o estator e o rotor dividida pelo tamanho do vão entre o estator e o rotor.

[0023] Assim, em determinadas modalidades, o processo para modificar, por exemplo, aprimorar, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel de celulose microfibrilada compreende submeter a dita suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e, opcionalmente, material particulado inorgânico a alto cisalhamento (mecânico) em um aparelho de mistura de alto cisalhamento em que o cisalhamento é gerado, pelo menos em parte, pelo dito elemento cisalhante móvel para modificar os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada. Em determinadas modalidades, o aparelho de mistura de alto cisalhamento é um aparelho de mistura tipo rotor/estator de alto cisalhamento.

[0024] Em determinadas modalidades, um evento de cisalhamento adicional é criado pelo uso de um estator que tem uma série de perfurações, por exemplo, furos usinados, fendas ou entalhes, em torno de sua extensão cilíndrica, através dos quais a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada é forçada pela ação do rotor e meio de mistura. Outra disposição de rotor/estator é mostrada (em vista plana) na Figura 2. Nessa configuração, o rotor 17 tem como meio de mistura uma pluralidade dentes 13 disposta em torno do eixo geométrico central (15) do rotor. O estator 11 tem uma série de entalhes 21 em torno de sua extensão cilíndrica. Novamente, a extensão radial, R_1, do estator 11 é maior do que a extensão radial da pluralidade de dentes 13, criando um vão 19.

[0025] Os aparelhos de mistura de alto cisalhamento adequados são muitos e variados, inclusive, mas não se limitam a, misturadores de alto cisalhamento em batelada, misturadores de alto cisalhamento em linha e misturadores de cisalhamento ultra-alto em linha. Um aparelho de mistura de alto cisalhamento exemplificativo é um Misturador em Linha de Alto Cisalhamento Silverson (RTM), fabricado por Silverson (RTM). Outras configurações de rotor/estator exemplificativas in-

cluem aquelas fabricadas por Kinematica (RTM) AG, como aquelas vendidas sob a marca MEGATRON (RTM), e um equipamento Kady mill, fabricado por Kady International. Ainda outro aparelho de mistura de alto cisalhamento exemplificativo é um equipamento supermasscolloider que tem uma parte mecânica móvel com uma parte fixa complementar para gerar cisalhamento, em que tanto a parte mecânica móvel como a parte fixa complementar têm somente uma abertura.

[0026] Em determinadas modalidades, a alta velocidade de rotacao do rotor exerce uma sucção potente, que atrai a suspensão aquosa de alimentação que compreende celulose microfibrilada para dentro do compartimento fixo, por exemplo, estator. À medida que o material cisalhado é retirado do estator, por exemplo, forçado a sair através dos furos, fendas ou entalhes em torno da extensão cilíndrica do estator, o material de alimentação fresco é atraído, opcionalmente de maneira contínua, para dentro do estator, mantendo o ciclo de mistura.

[0027] A suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada pode ser submetida a alto cisalhamento durante um período de tempo e/ou entrada de energia total suficiente para modificar, por exemplo, aprimorar, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada, ou quaisquer outros atributos otimizadores de propriedades de papel descritos no presente documento. Em determinadas modalidades, o período de tempo é a partir de cerca de 30 segundos a cerca de 10, por exemplo, a partir de cerca de 30 segundos a cerca de 8 horas, ou a partir de cerca de 30 segundos a cerca de 5 horas, ou a partir de cerca de 30 segundos a cerca de 4 horas, ou a partir de cerca de 30 segundos a cerca de 3 horas, ou a partir de cerca de 30 segundos a cerca de 2 horas, ou a partir de cerca de 1 minuto a cerca de 2 horas, ou a partir de cerca de 5 minutos a cerca de 2 horas, ou a partir de cerca de 10 minutos a cerca de 2 horas, ou a partir de cerca de 15 minutos a cerca de 2 horas, ou a partir

de cerca de 20 minutos a cerca de 100 minutos, ou a partir de cerca de 25 minutos a cerca de 90 minutos, ou a partir de cerca de 30 minutos a cerca de 90 minutos, ou a partir de cerca de 35 minutos a cerca de 90 minutos, ou a partir de cerca de 40 minutos a cerca de 90 minutos, ou a partir de cerca de 45 minutos a cerca de 90 minutos.

[0028] Em determinadas modalidades, a entrada de energia total é a partir de cerca de 1 kWh/tonelada (kWh/t) a cerca de 10.000 kWh/t, com base no peso seco total de material celulósico na suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional, por exemplo, a partir de cerca de 50 kWh/t a cerca de 9.000 kWh/t, ou a partir de cerca de 100 kWh/t a cerca de 8.000 kWh/t, ou a partir de cerca de 100 kWh/t a cerca de 8.000 kWh/t, ou a partir de cerca de 100 kWh/t a cerca de 7.000 kWh/t, ou a partir de cerca de 100 kWh/t a cerca de 6.000 kWh/t, ou a partir de cerca de 500 kWh/t a cerca de 5.000 kWh/t, ou a partir de cerca de 1000 kWh/t a cerca de 5.000 kWh/t, ou a partir de cerca de 1500 kWh/t a cerca de 5.000 kWh/t, ou a partir de cerca de 2000 kWh/t a cerca de 5.000 kWh/t.

[0029] Em determinadas modalidades, a entrada de energia total é a partir de cerca de 100 kWh/t a cerca de 5.000 kWh/t.

[0030] A entrada de energia total durante o processo de alto cisalhamento *E*, pode ser calculada como:

$$E = P/W \qquad (1)$$

em que *E* é a entrada de energia total por tonelada (kWh/t) de material celulósico na suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada, *P* é a entrada de energia total (kWh) e *W* é o peso seco total de material celulósico (em toneladas).

[0031] Em determinadas modalidades, a celulose microfibrilada é submetida a alto cisalhamento em mais de um estágio, por exemplo, em múltiplos (isto é, dois ou mais) passos através do aparelho de mis-

tura de alto cisalhamento. Por exemplo, a suspensão aquosa pode ser submetida a alto cisalhamento de acordo com o processo descrito acima durante um primeiro período de tempo, passar por uma zona intermediária, como um tanque de mistura, operando sob condições nas quais a celulose microfibrilada não é submetida a cisalhamento, e, então, submetida a alto cisalhamento durante um segundo período de tempo, e assim por diante. Em determinadas modalidades, o processo é um processo contínuo em que uma alimentação da dita suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada é continuamente alimentada, por exemplo, a partir de um tanque de mistura, para um aparelho de mistura de alto cisalhamento, submetida a alto cisalhamento, retirada do aparelho de mistura de alto cisalhamento e reciclada novamente para o tanque de mistura, e, então, recirculada para o aparelho de mistura de alto cisalhamento, e assim por diante. Um produto que compreende celulose microfibrilada que tem atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel modificado, por exemplo, aprimorado, pode ser retirado do processo em qualquer estágio, por exemplo, através de um ponto de retirada do produto, como, por exemplo, uma válvula de drenagem localizada entre o tanque de mistura e o aparelho de mistura de alto cisalhamento. Tipicamente, a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada é circulada em um fluxo constante e o produto é retirado periodicamente, por exemplo, em um período de tempo interno de 5 minutos e/ou 10, minutos, e/ou 15 minutos, e/ou 20 minutos, e/ou 25 minutos, e/ou 30 minutos, e/ou 35 minutos, e/ou 40 minutos, e/ou 45 minutos, e/ou 50 minutos, e/ou 55 minutos, e/ou 60 minutos, e/ou 65 minutos, e/ou 70 minutos, e/ou 75 minutos, e/ou 80 minutos, e/ou 90 minutos, e/ou 100 minutos, e/ou 110 minutos, e/ou 120 minutos.

[0032] Em determinadas modalidades, o tratamento por alto cisalhamento pode ser realizado em uma cascata de dispositivos de alto

cisalhamento, por exemplo, uma cascata de aparelho de mistura rotor/estator de alto cisalhamento, por exemplo, dois ou três ou quatro ou cinco ou seis ou sete ou oito ou nove ou dez aparelhos de mistura rotor/estator de alto cisalhamento, operativamente ligados em série ou em paralelo ou uma combinação de em série e em paralelo. A saída e/ou a entrada em um ou mais vasos de alto cisalhamento na cascata pode(m) ser submetida(s) a uma ou mais etapas de triagem e/ou uma ou mais etapas de classificação.

[0033] Em determinadas modalidades, o tratamento por alto cisalhamento pode ser realizado em um único dispositivo de alto cisalhamento, por exemplo, um único aparelho de mistura rotor/estator de alto cisalhamento que tem uma pluralidade, isto é, pelo menos duas, de zonas de alto cisalhamento operativamente distintas. Por exemplo, um aparelho de mistura rotor/estator de alto cisalhamento adequado pode ter uma pluralidade de zonas de alto cisalhamento cada uma tendo seu próprio rotor/estator.

[0034] Em determinadas modalidades, a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional tem um teor de sólidos não maior que cerca de 25 %, em peso, com base no peso da suspensão aquosa, por exemplo, um teor de sólidos a partir de cerca de 0,1 a cerca de 20 %, em peso, ou a partir de cerca de 0,1 a cerca de 18 %, em peso, ou a partir de cerca de 2 a cerca de 16 %, em peso, ou a partir de cerca de 2 a cerca de 14 %, em peso de sólidos, ou a partir de cerca de 4 a cerca de 12 %, em peso, ou a partir de cerca de 4 a cerca de 10 %, em peso, ou a partir de cerca de 5 a cerca de 10%, em peso, ou a partir de cerca de 5 a cerca de 9%, em peso, ou a partir de cerca de 5 a cerca de 8,5%, em peso. Em qualquer estágio do processo, água adicional pode ser adicionada para modificar o teor de sólidos da suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional.

[0035] Em determinadas modalidades, a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada tem um teor de sólidos de fibra não maior que cerca de 8%, em peso.

[0036] A celulose microfibrilada pode ser derivada de qualquer fonte adequada. Em determinadas modalidades, a composição que compreende celulose microfibrilada é obtenível por um processo que compreende microfibrilar um substrato fibroso que compreende celulose na presença de um meio de moagem. O processo é vantajosamente conduzido em um ambiente aquoso.

[0037] Em determinadas modalidades, a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional é obtenível por um processo que compreende moer um substrato fibroso que compreende celulose na presença de um meio de moagem e, opcionalmente, o dito material particulado inorgânico. Em determinadas modalidades, a suspensão aquosa compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico, e a suspensão aquosa é obtenível por um processo que compreende moer um substrato fibroso que compreende celulose na presença de um meio de moagem e material particulado inorgânico. Um processo adequado é descrito em WO-A-2010/131016, cujos conteúdos totais estão incorporados no presente documento a título de referência.

[0038] Por "microfibrilação" entende-se um processo em que microfibrilas de celulose são liberadas ou parcialmente liberadas como espécies individuais ou como pequenos agregados como comparado com as fibras da polpa pré-microfibrilada. As fibras de celulose típicas (isto é, polpa pré-microfibrilada) adequadas para uso na fabricação de papel incluem agregados maiores de centenas ou milhares de fibrilas de celulose individuais. Ao microfibrilar a celulose, características e propriedades particulares, inclusive as características e propriedades descritas no presente documento, são conferidas à celulose microfibri-

lada e às composições que compreendem a celulose microfibrilada.

[0039] Em determinadas modalidades, a microfibrilação é realizada na presença de meio de moagem que atua para promover a microfibrilação da celulose pré-microfibrilada. Ademais, quando presente, o material particulado inorgânico pode atuar como um agente de microfibrilação, isto é, o material de partida de celulose pode ser microfibrilado em entrada de energia relativamente inferior quando o mesmo é co-processado, por exemplo, co-moído, na presença de um material particulado inorgânico. Em determinadas modalidades, a microfibrilação é realizada por outros processos conhecidos na técnica, inclusive processos que não são realizados na presença de meio de moagem.

[0040] O substrato fibroso que compreende celulose pode ser derivado de qualquer fonte adequada, como madeira, gramíneas (por exemplo, cana-de-açúcar, bambu) ou trapos (por exemplo, resíduos têxteis, algodão, cânhamo ou linho). O substrato fibroso que compreende celulose pode estar sob a forma de uma polpa (isto é, uma suspensão de fibras de celulose em água), que pode ser preparada por qualquer tratamento químico ou mecânico adequado, ou combinação dos mesmos. Por exemplo, a polpa pode ser uma polpa química, ou uma polpa quimitermomecânica, ou uma polpa mecânica, ou uma polpa reciclada, ou um refugo de fábrica de papel, ou um fluxo de resíduos de fábrica de papel, ou resíduos de uma fábrica de papel, ou uma combinação dos mesmos. A polpa de celulose pode ser batida (por exemplo, em um batedor Valley) e/ou refinada de outro modo (por exemplo, processamento em um refinador cônico ou em placa) a qualquer drenabilidade predeterminada, relatada na técnica como uma medida de drenabilidade em Canadian standard freeness (CSF) em cm^3. CSF significa um valor da drenabilidade ou taxa de drenagem de polpa medido pela taxa que uma suspensão de polpa pode ser drenada. Por exemplo, a polpa de celulose pode ter uma Canadian standard

freeness de cerca de 10 cm^3 ou mais antes de ser microfibrilada. A polpa de celulose pode ter uma CSF De cerca de 700 cm^3 ou menos, por exemplo, igual ou menor que cerca de 650 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 600 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 550 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 500 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 450 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 400 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 350 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 300 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 250 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 200 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 150 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 100 cm^3, ou igual ou menor que cerca de 50 cm^3. A polpa de celulose pode ser, então, desidratada por métodos bem conhecidos na técnica, por exemplo, a polpa pode ser filtrada através de uma peneira para obter uma folha úmida que compreende pelo menos cerca de 10% de sólidos, por exemplo pelo menos cerca de 15% de sólidos, ou pelo menos cerca de 20% de sólidos, ou pelo menos cerca de 30% de sólidos, ou pelo menos cerca de 40% de sólidos. A polpa pode ser utilizada em um estado não refinado, isto é, sem ser batida ou desidratada, ou de outro modo refinada.

[0041] O substrato fibroso que compreende celulose pode ser adicionado a um vaso de moagem em um estado seco. Por exemplo, um refugo de papel seco pode ser diretamente adicionado ao vaso de moagem. O ambiente aquoso no vaso de moagem irá, então, facilitar a formação de uma polpa.

[0042] A etapa de microfibrilação pode ser realizada em qualquer aparelho adequado, inclusive, mas não se limita a um refinador. Em uma modalidade, a etapa de microfibrilação é conduzida em um vaso de moagem sob condições de moagem a úmido. Em outra modalidade, a etapa de microfibrilação é realizada em um homogeneizador.

● moagem a úmido

[0043] A moagem é um processo de moagem por atrito na presen-

ça de um meio de moagem de particulado. Por meio de moagem entende-se um meio exceto o material particulado inorgânico que é opcionalmente co-moído com o substrato fibroso que compreende celulose. Será entendido que o meio de moagem é removido após o término da moagem.

[0044] Em determinadas modalidades, o processo de microfibrilação, por exemplo, moagem, é realizado na ausência de material particulado inorgânico triturável.

[0045] O meio de moagem de particulado pode ser um material natural ou sintético. O meio de moagem pode, por exemplo, compreender bolas, esferas ou péletes de qualquer material mineral duro, cerâmico ou metálico. Tais materiais podem incluir, por exemplo, alumina, zircônia, silicato de zircônio, silicato de alumínio, mulita, ou o material rico em mulita que é produzido ao calcinar argila caulinítica a uma temperatura na faixa a partir de cerca de 1300ºC a cerca de 1800ºC.

[0046] Em determinadas modalidade, o meio de moagem de particulado compreende partículas que têm um diâmetro médio na faixa a partir de cerca de 0,1 mm a cerca de 6,0 mm e, com mais preferência, na faixa a partir de cerca de 0,2 mm a cerca de 4,0 mm. O meio de moagem (ou meios) pode estar presente em uma quantidade de até cerca de 70% em volume da carga. Os meios de moagem podem estar presentes em uma quantidade de pelo menos cerca de 10% em volume da carga, por exemplo, pelo menos cerca de 20 % em volume da carga, ou pelo menos cerca de 30% em volume da carga, ou pelo menos cerca de 40 % em volume da carga, ou pelo menos cerca de 50% em volume da carga, ou pelo menos cerca de 60 % em volume da carga. Em determinadas modalidades, o meio de moagem está presente em uma quantidade a partir de cerca de 30 a cerca de 70 % em volume da carga, por exemplo, a partir de cerca de 40 a cerca de 60 % em volume da carga, por exemplo, a partir de cerca de 45 a cer-

ca de 55 % em volume da carga.

[0047] Por ‘carga’ entende-se a composição que é a alimentação alimentada no vaso de moagem. A carga inclui água, meios de moagem, substrato fibroso que compreende celulose e material particulado inorgânico, e quaisquer outros aditivos opcionais como descrito no presente documento.

[0048] Em determinadas modalidades, o meio de moagem é um meio que compreende partículas que têm um diâmetro médio na faixa a partir de cerca de 0,5 mm a cerca de 12 mm, por exemplo, a partir de cerca de 1 a cerca de 9 mm, ou a partir de cerca de 1 mm a cerca de 6 mm, ou cerca de 1 mm, ou cerca de 2 mm, ou cerca de 3 mm, ou cerca de 4 mm, ou cerca de 5 mm.

[0049] O meio de moagem pode ter uma gravidade específica de pelo menos cerca de 2,5, por exemplo, pelo menos cerca de 3, ou pelo menos cerca de 3,5, ou pelo menos cerca de 4,0, ou pelo menos cerca de 4.5, ou pelo menos cerca de 5,0, ou pelo menos cerca de 5,5, ou pelo menos cerca de 6,0.

[0050] Em determinadas modalidades, o meio de moagem compreende partículas que têm um diâmetro médio na faixa a partir de cerca de 1 mm a cerca de 6 mm e tem uma gravidade específica de pelo menos cerca de 2,5.

[0051] Em determinadas modalidades, o meio de moagem compreende partículas que têm um diâmetro médio de cerca de 3 mm.

[0052] Em uma modalidade, o tamanho médio de partícula (d_{50}) do material particulado inorgânico é reduzido durante o processo de co-moagem. Por exemplo, o d_{50} do material particulado inorgânico pode ser reduzido em pelo menos cerca de 10% (como medido pelo método convencional bem conhecido empregado na técnica de dispersão de luz laser, utilizando uma máquina Malvern Mastersizer S), por exemplo, o d_{50} do material particulado inorgânico pode ser reduzido em pelo

menos cerca de 20%, ou reduzido em pelo menos cerca de 30%, ou reduzido em pelo menos cerca de 50%, ou reduzido em pelo menos cerca de 50%, ou reduzido em pelo menos cerca de 60%, ou reduzido em pelo menos cerca de 70%, ou reduzido em pelo menos cerca de 80%, ou reduzido em pelo menos cerca de 90%. Por exemplo, um material particulado inorgânico que tem um d_{50} de 2,5 μm antes da co-moagem e um d_{50} de 1,5 μm após a co-moagem terá sido submetido a uma redução de 40% em tamanho de partícula. Em determinadas modalidades, o tamanho médio de partícula do material particulado inorgânico não é significativamente reduzido durante o processo de co-moagem. Por 'não significativamente reduzido' entende-se que o d_{50} do material particulado inorgânico é reduzido em menos de cerca de 10%, por exemplo, o d_{50} do material particulado inorgânico é reduzido em menos de cerca de 5% durante o processo de co-moagem.

[0053] O substrato fibroso que compreende celulose pode ser microfibrilado para obter celulose microfibrilada que tem um d_{50} que varia a partir de cerca de 5 a μm cerca de 500 μm, como medido por dispersão de luz laser. O substrato fibroso que compreende celulose pode ser microfibrilado para obter celulose microfibrilada que tem um d_{50} igual ou menor que cerca de 400 μm, por exemplo, igual ou menor que cerca de 300 μm, ou igual ou menor que cerca de 200 μm, ou igual ou menor que cerca de 150 μm, ou igual ou menor que cerca de 125 μm, ou igual ou menor que cerca de 100 μm, ou igual ou menor que cerca de 90 μm, ou igual ou menor que cerca de 80 μm, ou igual ou menor que cerca de 70 μm, ou igual ou menor que cerca de 60 μm, ou igual ou menor que cerca de 50 μm, ou igual ou menor que cerca de 40 μm, ou igual ou menor que cerca de 30 μm, ou igual ou menor que cerca de 20 μm, ou igual ou menor que cerca de 10 μm.

[0054] Em determinadas modalidades, a celulose microfibrilada da suspensão aquosa tem, antes de ser submetida a alto cisalhamento,

um d_{50} de fibra de pelo menos cerca de 50 µm, por exemplo, pelo menos cerca de 75 µm, ou pelo menos cerca de 100 µm, ou pelo menos cerca de 110 µm, ou pelo menos cerca de 120 µm, ou pelo menos cerca de 130 µm, ou pelo menos cerca de 140 µm, ou pelo menos cerca de 150 µm. Em determinadas modalidades, a celulose microfibrilada da suspensão aquosa tem, antes de ser submetida a alto cisalhamento, um d_{50} de fibra a partir de cerca de 100 µm a cerca de 160 µm, por exemplo, a partir de cerca de 120 µm a cerca de 160 µm. Geralmente, durante o processo de alto cisalhamento, o d_{50} de fibra da celulose microfibrilada irá diminuir, por exemplo, diminuir em pelo menos cerca de 1 %, ou pelo menos cerca de 5 %, ou pelo menos cerca de 10 %, ou pelo menos cerca de 20 %, ou pelo menos cerca de 30 %, ou pelo menos cerca de 40 %, ou pelo menos cerca de 50 %. Por exemplo, pode-se dizer que a celulose microfibrilada que tem um d_{50} de fibra de 120 µm antes do alto cisalhamento e um d_{50} de fibra de 108 µm após o alto cisalhamento foi submetida a uma redução de 10 % em d_{50} de fibra.

[0055] O substrato fibroso que compreende celulose pode ser microfibrilado na presença de um material particulado inorgânico para obter celulose microfibrilada que tem uma inclinação de fibra igual ou maior que cerca de 10, como medido por Malvern. A inclinação de fibra (isto é, a inclinação da distribuição de tamanho de partícula das fibras) é determinada pela seguinte fórmula:

$$\text{Inclinação} = 100 \times (d_{30}/d_{70})$$

[0056] A celulose microfibrilada pode ter uma inclinação de fibra igual ou menor que cerca de 100. A celulose microfibrilada pode ter uma inclinação de fibra igual ou menor que cerca de 75, ou igual ou menor que cerca de 50, ou igual ou menor que cerca de 40, ou igual ou menor que cerca de 30. A celulose microfibrilada pode ter uma inclinação de fibra a partir de cerca de 20 a cerca de 50, ou a partir de

cerca de 25 a cerca de 40, ou a partir de cerca de 25 a cerca de 35, ou a partir de cerca de 30 a cerca de 40.

[0057] Em determinadas modalidades, a celulose microfibrilada da suspensão aquosa tem uma inclinação de fibra a partir de cerca de 20 a cerca de 50.

[0058] Os procedimentos para determinar as distribuições de tamanho de partícula de minerais e celulose microfibrilada são descritos em WO-A-2010/131016. Especificamente, os procedimentos adequados são descritos na página 40, linha 32 à página 41, linha 34 de WO-A-2010/131016.

[0059] A moagem pode ser realizada em um moinho vertical ou um moinho horizontal.

[0060] Em determinadas modalidades, a moagem é realizada em um vaso de moagem, como um moinho de tamboração (por exemplo, haste, esfera e autógeno), um moinho agitado (por exemplo, SAM ou IsaMill), um moinho de torre, um moinho de agitação detrator (SMD), ou um vaso de moagem que compreende placas de moagem paralelas giratórias entre as quais a alimentação que será moída é alimentada.

[0061] Em uma modalidade, o vaso de moagem é um moinho vertical, por exemplo, um moinho agitado, ou um moinho de agitação detrator, ou um moinho de torre.

[0062] O moinho vertical pode compreender uma peneira acima de uma ou mais zonas de moagem. Em uma modalidade, uma peneira fica localizada adjacente a uma zona quiescente e/ou um classificador. A peneira pode ser dimensionada para separar os meios de moagem da suspensão aquosa de produto que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico e aumentar a sedimentação de meio de moagem.

[0063] Em outra modalidade, a moagem é realizada em um moedor com peneira, por exemplo, um moinho de agitação detrator. O mo-

edor com peneira pode compreender uma ou mais peneira(s) dimensionada(s) para separar os meios de moagem da suspensão aquosa de produto que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico.

[0064] Em determinadas modalidades, o substrato fibroso que compreende celulose e material particulado inorgânico estão presentes no ambiente aquoso em um teor de sólidos inicial de pelo menos cerca de 4%, em peso, em que pelo menos cerca de 2%, em peso, consistem em um substrato fibroso que compreende celulose. O teor de sólidos inicial pode ser pelo menos cerca de 10 %, em peso, ou pelo menos cerca de 20%, em peso, ou pelo menos cerca de 30 %, em peso, ou pelo menos cerca de pelo menos 40%, em peso. Pelo menos cerca de 5%, em peso, do teor de sólidos inicial podem consistir em um substrato fibroso que compreende celulose, por exemplo, pelo menos cerca de 10 %, ou pelo menos cerca de 15 %, ou pelo menos cerca de 20 %, em peso, do teor de sólidos inicial podem consistir em um substrato fibroso que compreende celulose. Geralmente, as quantidades relativas de substrato fibroso que compreendem celulose e material particulado inorgânico são selecionadas para obter uma composição que compreende celulose microfibrilada e particulado inorgânico de acordo com o primeiro aspecto da invenção.

[0065] O processo de moagem pode incluir uma etapa de pré-moagem em que o particulado inorgânico grosso é moído em um vaso moedor a uma distribuição de tamanho de partícula predeterminada, após isso o material fibroso que compreende celulose é combinado com o material particulado inorgânico pré-moído e a moagem continuou no mesmo vaso ou em um diferente até o nível de microfibrilação desejado ser obtido.

[0066] Visto que a suspensão de material que será moído pode ter uma viscosidade relativamente alta, um agente dispersante adequado

pode ser adicionado à suspensão antes ou durante a moagem. O agente dispersante pode ser, por exemplo, um fosfato condensado solúvel em água, ácido polisilícico ou um sal do mesmo, ou um polieletrólito, por exemplo, um sal solúvel em água de um poli(ácido acrílico) ou de um poli(ácido metacrílico) que tem um peso molecular numérico médio não maior que 80.000. A quantidade do agente dispersante usada poderia estar geralmente na faixa a partir de 0,1 a 2,0%, em peso, com base no peso do material sólido particulado inorgânico seco. A suspensão pode ser adequadamente moída a uma temperatura na faixa a partir de 4°C a 100°C.

[0067] Outros aditivos que podem ser incluídos durante a etapa de microfibrilação incluem: carboximetil celulose, carboximetil celulose anfotérica, agentes oxidantes, 2,2,6,6-Tetrametilpiperidina-1-oxil (TEMPO), derivados de TEMPO, e enzimas degradantes de madeira.

[0068] Quando presente, a quantidade de material particulado inorgânico e polpa de celulose na mistura que será co-moída pode variar em uma razão a partir de cerca de 99,5:0,5 a cerca de 0,5:99,5, com base no peso seco de material particulado inorgânico e na quantidade de fibra seca na polpa, por exemplo, uma razão a partir de cerca de 99,5:0,5 a cerca de 50:50 com base no peso seco de material particulado inorgânico e na quantidade de fibra seca na polpa. Por exemplo, a razão da quantidade de material particulado inorgânico e fibra seca pode ser a partir de cerca de 99,5:0,5 a cerca de 70:30. Em determinadas modalidades, a razão de peso de material particulado inorgânico para fibra seca é cerca de 95:5. Em outra modalidade, a razão de peso de material particulado inorgânico para fibra seca é cerca de 90:10. Em outra modalidade, a razão de peso de material particulado inorgânico para fibra seca é cerca de 85:15. Em outra modalidade, a razão de peso de material particulado inorgânico para fibra seca é cerca de 80:20.

[0069] Em um processo de microfibrilação exemplificativo, a entrada de energia total por tonelada de fibra seca no substrato fibroso que compreende celulose será menos que cerca de 10.000 $kWht^{-1}$, por exemplo, menos que cerca de 9000 $kWht^{-1}$, ou menos que cerca de 8000 $kWht^{-1}$, ou menos que cerca de 7000 $kWht^{-1}$, ou menos que cerca de 6000 $kWht^{-1}$, ou menos que cerca de 5000 $kWht^{-1}$, por exemplo, menos que cerca de 4000 kWht-1, menos que cerca de 3000 $kWht^{-1}$, menos que cerca de 2000 $kWht^{-1}$, menos que cerca de 1500 $kWht^{-1}$, menos que cerca de 1200 $kWht^{-1}$, menos que cerca de 1000 $kWht^{-1}$, ou menos que cerca de 800 $kWht^{-1}$. A entrada de energia total varia dependendo da quantidade de fibra seca no substrato fibroso que está sendo microfibrilado, e, opcionalmente, da velocidade de moagem e duração de moagem.

[0070] Em determinadas modalidades, a moagem é realizada em uma cascata de vasos de moagem, um ou mais desses podem compreender uma ou mais zonas de moagem. Por exemplo, o substrato fibroso que compreende celulose pode ser moído em uma cascata de dois ou mais vasos de moagem, por exemplo, uma cascata de três ou mais vasos de moagem, ou uma cascata de four ou more vasos de moagem, ou uma cascata de cinco ou mais vasos de moagem, ou uma cascata de seis ou mais vasos de moagem, ou uma cascata de sete ou more vasos de moagem, ou uma cascata de oito ou mais vasos de moagem, ou uma cascata de nine ou more vasos de moagem em série, ou uma cascata que compreende até dez vasos de moagem. A cascata de vasos de moagem pode ser operativamente ligada em série series ou em paralelo ou uma combinação de em série e em paralelo. A saída e/ou a entrada em um ou mais vasos de moagem na cascata pode(m) ser submetida(s) a uma ou mais etapas de triagem e/ou uma ou mais etapas de classificação.

[0071] Em determinadas modalidades, por exemplo, modalidades

em que uma distribuição de tamanho de partícula inclinada da celulose microfibrilada é produzida por microfibrilação do substrato fibroso que compreende celulose (opcionalmente na presença do material particulado inorgânico) em um processo em batelada, a composição de celulose microfibrilada (opcionalmente co-processada) (e material particulado inorgânico opcional) resultante (isto é, produto contendo celulose microfibrilada) que tem a inclinação de celulose microfibrilada desejada pode ser removida por lavagem do aparelho de microfibrilação, por exemplo, vaso de moagem, com água ou qualquer outro líquido adequado.

[0072] O material particulado inorgânico pode, por exemplo, ser um carbonato ou sulfato de metal alcalino-terroso, como carbonato de cálcio, por exemplo, carbonato de cálcio natural e/ou carbonato de cálcio precipitado, carbonato de magnésio, dolomita, gesso, uma argila de candita aquosa como caulim, haloisita ou argila peletizada, uma argila de candita anidra (calcinada) como metacaulim ou caulim completamente calcinado, talco, mica, perlita ou terra diatomácea, ou hidróxido de magnésio ou tri-hidrato de alumínio, ou combinações dos mesmos.

[0073] Em determinadas modalidades, o material particulado inorgânico compreende ou é carbonato de cálcio. Então, a invenção pode ter a tendência a ser discutida em termos de carbonato de cálcio e em relação a aspectos onde o carbonato de cálcio é processado e/ou tratado. A invenção não deve ser interpretada como limitada a tais modalidades.

[0074] O carbonato de cálcio particulado usado na presente invenção pode ser obtido a partir de uma fonte natural por moagem. O carbonato de cálcio moído (GCC) é tipicamente obtido por esmagamento e, então, moagem de uma fonte mineral como giz, mármore ou calcário, que pode ser seguido por uma etapa de classificação de tamanho

de partícula, para obter um produto que tem o grau de finura desejado. Outras técnicas como branqueamento, flotação e separação magnética também podem ser usadas para obter um produto que tem o grau desejado de finura e/ou cor. O material sólido particulado pode ser moído de forma autógena, isto é, por atrito entre as partículas do próprio material sólido, ou, alternativamente, na presença de um meio de moagem de particulado que compreende partículas de um material diferente do carbonato de cálcio que será moído. Esses processos podem ser realizados com ou sem a presença de um dispersante e biocidas, que podem ser adicionados em qualquer estágio do processo.

[0075] O carbonato de cálcio precipitado (PCC) pode ser usado como a fonte de carbonato de cálcio particulado na presente invenção, e pode ser produzido por qualquer um dos métodos conhecidos disponíveis na técnica. TAPPI Monograph Series No 30, "Paper Coating Pigments", páginas 34-35 descreve os três principais processos comerciais para preparar carbonato de cálcio precipitado que é adequado para uso na preparação de produtos para uso na indústria de papel, porém também pode ser usado na prática da presente invenção. Em todos os três processos, um material de alimentação de carbonato de cálcio, como calcário, é primeiramente calcinado para produzir cal viva e a cal viva é, então, apagada em água para render hidróxido de cálcio ou leite de cal. No primeiro processo, o leite de cal é diretamente carbonatado com gás dióxido de carbono. Esse processo tem a vantagem que nenhum subproduto é formado, e é relativamente fácil controlar as propriedades e pureza do produto de carbonato de cálcio. No segundo processo, o leite de cal entra em contato com carbonato de sódio para produzir, por decomposição dupla, um precipitado de carbonato de cálcio e uma solução de hidróxido de sódio. O hidróxido de sódio pode ser substancialmente completamente separado do carbonato de cálcio se esse processo for usado comercialmente. No terceiro processo co-

mercial principal, o leite de cal é primeiramente contatado com cloreto de amônio para gerar uma solução de cloreto de cálcio e gás de amônia. A solução de cloreto de cálcio é, então, contatada com carbonato de sódio para produzir por decomposição dupla o carbonato de cálcio precipitado e uma solução de cloreto de sódio. Os cristais podem ser produzidos em uma variedade de formatos e tamanhos diferentes, dependendo do processo de reação específico que é usado. As três principais formas de cristais PCC são aragonita, romboédrico e escalenoédrico, todos esses são adequados para uso na presente invenção, inclusive misturas dos mesmos.

[0076] A moagem a úmido de carbonato de cálcio envolve a formação de uma suspensão aquosa do carbonato de cálcio que pode ser, então, moído, opcionalmente na presença de um agente dispersante adequado. Pode-se fazer referência a, por exemplo, EP-A-614948 (cujos conteúdos estão incorporados a título de referência em sua totalidade) para mais informações referentes à moagem a úmido de carbonato de cálcio.

[0077] Em algumas circunstâncias, adições menores de outros minerais podem ser incluídas, por exemplo, um ou mais dentre ore caulim, caulim calcinado, volastonita, bauxita, talco ou mica, também poderiam estar presentes.

[0078] Quando o material particulado inorgânico é obtido a partir de fontes de ocorrência natural, pode ser que algumas impurezas minerais contaminem o material moído. Por exemplo, carbonato de cálcio de ocorrência natural pode estar presente em associação com outros minerais. Assim, em algumas modalidades, o material particulado inorgânico inclui uma quantidade de impurezas. Em geral, entretanto, o material particulado inorgânico usado na invenção irá conter menos que cerca de 5%, em peso, de preferência, menos que cerca de 1%, em peso, de outras impurezas minerais.

[0079] O material particulado inorgânico pode ter uma distribuição de tamanho de partícula de modo que pelo menos cerca de 10%, em peso, por exemplo pelo menos cerca de 20 %, em peso, por exemplo pelo menos cerca de 30%, em peso, por exemplo, pelo menos cerca de 40%, em peso, por exemplo pelo menos cerca de 50%, em peso, por exemplo, pelo menos cerca de 60%, em peso, por exemplo, pelo menos cerca de 70%, em peso, por exemplo, pelo menos cerca de 80%, em peso, por exemplo, pelo menos cerca de 90%, em peso, por exemplo, pelo menos cerca de 95%, em peso, ou por exemplo, cerca de 100% das partículas têm um e.s.d de menos que 2μm.

[0080] Em determinadas modalidades, pelo menos cerca de 50 %, em peso, das partículas têm um e.s.d de menos que 2 μm, por exemplo, pelo menos cerca de 55 %, em peso, das partículas têm um e.s.d de menos que 2 μm, ou pelo menos cerca de 60 %, em peso das partículas têm um e.s.d de menos que 2 μm.

[0081] Exceto onde determinado em contrário, as propriedades de tamanho de partícula referidas no presente documento dos materiais particulados inorgânicos são como medido de maneira bem conhecida por sedimentação do material particulado em uma condição completamente dispersa em um meio aquoso utilizando uma máquina Sedigraph 5100 como fornecido por Micromeritics Instruments Corporation, Norcross, Georgia, USA (site da web: www.micromeritics.com), referido no presente documento como uma "unidade Micromeritics Sedigraph 5100". Tal máquina fornece medições e um gráfico da porcentagem cumulativa em peso de partículas que têm um tamanho, referido na técnica como o ‘diâmetro esférico equivalente’ (e.s.d), menor que os valores e.s.d fornecidos. O tamanho de partícula médio d_{50} é o valor determinado a partir do e.s.d de partícula em que há 50%, em peso, das partículas que têm um diâmetro esférico equivalente menor que aquele valor d_{50}.

[0082] Alternativamente, onde indicado, as propriedades de tamanho de partícula referidas no presente documento dos materiais particulados inorgânicos são como medido de maneira convencional bem conhecida empregada na técnica de dispersão de luz laser, utilizando uma máquina Malvern Mastersizer S como fornecido por Malvern Instruments Ltd (ou por outros métodos que geram essencialmente o mesmo resultado). Na técnica de dispersão de luz laser, o tamanho de partículas em pós, suspensões e emulsões pode ser medido utilizando a difração de um feixe de laser, com base em uma aplicação de teoria de Mie. Tal máquina fornece medições e um gráfico da porcentagem cumulativa em volume de partículas que têm um tamanho, referido na técnica como o 'diâmetro esférico equivalente' (e.s.d), menor que os valores e.s.d fornecidos. O tamanho de partícula médio d_{50} é o valor determinado a partir do e.s.d de partícula em que há 50%, em peso, das partículas que têm um diâmetro esférico equivalente menor que aquele valor d_{50}.

[0083] Assim, em outra modalidade, o material particulado inorgânico pode ter uma distribuição de tamanho de partícula, como medido pelo método convencional bem conhecido empregado na técnica de dispersão de luz laser, de modo que pelo menos cerca de 10% em volume, por exemplo, pelo menos cerca de 20% em volume, por exemplo, pelo menos cerca de 30% em volume, por exemplo, pelo menos cerca de 40% em volume, por exemplo, pelo menos cerca de 50% em volume, por exemplo, pelo menos cerca de 60% em volume, por exemplo, pelo menos cerca de 70% em volume, por exemplo, pelo menos cerca de 80% em volume, por exemplo, pelo menos cerca de 90% em volume, por exemplo, pelo menos cerca de 95% em volume, ou, por exemplo, cerca de 100% em volume das partículas tenham um e.s.d menor que 2μm.

[0084] Em determinadas modalidades, pelo menos cerca de 50 %

em volume das partículas têm um e.s.d menor que 2 μm, por exemplo, pelo menor que cerca de 55 % em volume das partículas têm um e.s.d menor que 2 μm, ou pelo menos cerca de 60 % em volume das partículas têm um e.s.d menor que 2 μm

[0085] Detalhes do procedimento podem ser usados para caracterizar a distribuição de tamanho de partículas de misturas de material particulado inorgânico e celulose microfibrilada utilizando o método convencional bem conhecido empregado na técnica de dispersão de luz laser são discutidos acima.

[0086] Em determinadas modalidades, o material particulado inorgânico é argila caulim. A seguir, esta seção do relatório descritivo pode tender a ser discutida em termos de caulim e em relação a aspectos em que o caulim é processado e/ou tratado. A invenção não deve ser interpretada como sendo limitada a tais modalidades. Assim, em algumas modalidades, caulim é usado de forma não processada.

[0087] A argila caulim usada nessa invenção pode ser um material processado derivado de uma fonte natural, isto é, mineral de argila caulim natural em bruto. A argila caulim pode conter tipicamente pelo menos cerca de 50%, em peso, de caulinita. Por exemplo, a maioria das argilas caulim comercialmente processadas contém mais que cerca de 75%, em peso, de caulinita e pode conter mais que cerca de 90%, em alguns casos, mais que cerca de 95%, em peso, de caulinita.

[0088] A argila caulim usada na presente invenção pode ser preparada a partir do mineral de argila caulim natural em bruto por um ou mais outros processos que são bem conhecidos para os elementos versados na técnica, por exemplo, por etapas de refinação ou beneficiação.

[0089] Por exemplo, o mineral de argila pode ser branqueado com um agente de branqueamento redutor, como hidrossulfito de sódio. Se hidrossulfito de sódio for usado, o mineral de argila branqueado pode

ser opcionalmente desidratado, e, opcionalmente lavado e novamente opcionalmente desidratado, após a etapa de branqueamento com hidrossulfito de sódio.

[0090] O mineral de argila pode ser tratado para remover impurezas, por exemplo, por floculação, flotação, ou técnicas de separação magnética bem conhecidas. Alternativamente, o mineral de argila usado no primeiro aspecto da invenção pode ser não tratado sob a forma de um sólido ou como uma suspensão aquosa.

[0091] O processo para preparar a argila de caulim particulada usada na presente invenção também pode incluir uma ou mais etapas de fragmentação, por exemplo, trituração ou moagem. A fragmentação por luz de um caulim grosso é usada para gerar a delaminação adequada do mesmo. A fragmentação pode ser realizada através do uso de esferas ou grânulos de um auxiliar de trituração ou moagem de plástico (por exemplo, náilon), areia ou cerâmica. O caulim grosso pode ser refinado para remover impurezas e aprimorar as propriedades físicas utilizando procedimentos bem conhecidos. A argila caulim pode ser tratada por um procedimento de classificação de tamanho de partícula conhecido, por exemplo, peneiramento e centrifugação (ou ambas), para obter partículas com um valor d_{50} ou distribuição de tamanho de partícula desejado.

[0092] Em determinadas modalidades, o produto removido do processo de alto cisalhamento é tratado para remover pelo menos uma porção ou substancialmente toda a água para formar um produto parcialmente seco ou essencialmente completamente seco. Por exemplo, pelo menos cerca de 10 % em volume, por exemplo, pelo menos cerca de 20% em volume, ou pelo menos cerca de 30% em volume, ou menos de cerca de 40% em volume, ou pelo menos cerca de 50% em volume, ou pelo menos cerca de 60% em volume, ou pelo menos cerca de 70% em volume ou pelo menos cerca de 80 % em volume ou

pelo menos cerca de 90% em volume, ou pelo menos cerca de 100% em volume de água em produto do processo de co-moagem podem ser removidos. Qualquer técnica adequada pode ser usada para remover água do produto inclusive, por exemplo, por gravidade ou drenagem assistida por vácuo, com ou sem prensagem, ou por evaporação ou por filtração ou por uma combinação dessas técnicas. O produto parcialmente seco ou essencialmente completamente seco irá compreender celulose microfibrilada e, quando presente, material particulado inorgânico e quaisquer outros aditivos opcionais que podem ter sido adicionados antes da secagem. O produto parcialmente seco ou essencialmente completamente seco pode ser opcionalmente reidratado e incorporado em composições de fabricação de papel e produtos de papel, como descrito no presente documento.

[0093] Como discutido acima, a celulose microfibrilada obtida pelo processo de acordo com WO-A-2010/131016 foi identificado como tendo atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel vantajosos. Entretanto, os presentes inventores constataram que os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel de celulose microfibrilada não podem ser adicionalmente aprimorados por moagem adicional individualmente. Nesse aspecto, e sem se ater à teoria, parece que um ponto de equilíbrio é atingido no processo de moagem além do que, independente da quantidade de energia adicional aplicada através da moagem, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada não podem ser ainda mais aprimorados. Os presentes inventores constataram inesperadamente, entretanto, que ao submeter a celulose microfibrilada, como aquela obtida pelo processo de moagem descrito em WO-A-2010/131016, a um tratamento por alto cisalhamento, de acordo com o primeiro aspecto descrito acima, um ou mais atributos otimizadores de propriedades de papel da celulose microfibrilada, por exemplo, os atributos otimizadores de re-

sistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada, podem ser aprimorados. Em outras palavras, o papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento foi identificado como tendo uma propriedade ou propriedades de papel aprimoradas (por exemplo, resistência à ruptura) em relação a um papel que compreende uma quantidade equivalente da celulose microfibrilada, que não foi submetida ao processo de alto cisalhamento descrito no presente documento, como a celulose microfibrilada obtida pelo processo de moagem descrito em WO-A-2010/131016.

[0094] A resistência à ruptura do papel pode ser determinada utilizando um testador de ruptura Messemer Buchnel de acordo com SCAN P24. Detalhes adicionais são fornecidos nos Exemplos abaixo.

[0095] Como descrito acima, um papel feito puramente a partir de uma polpa fibrosa terá uma resistência à ruptura do papel maior que um papel comparável em que uma porção da polpa fibrosa foi substituída por uma carga, por exemplo, uma carga mineral. Assim, a resistência à ruptura do papel de um papel carregado é geralmente expressa como uma porcentagem da resistência à ruptura do papel do papel não carregado. Quando usado como uma carga em papel, por exemplo, como uma substituição ou substituição parcial de uma carga mineral convencional, a celulose microfibrilada obtida pelo processo descrito em WO-A-2010/131016, opcionalmente em combinação com material particulado inorgânico, foi inesperadamente identificada por aprimorar as propriedades de resistência à ruptura do papel. Isto é, em relação a um papel carregado com carga exclusivamente mineral, o papel carregado com a celulose microfibrilada foi identificado como tendo resistência à ruptura aprimorada. Em outras palavras, a carga celulose microfibrilada foi identificada como tendo atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel.

[0096] Em determinadas modalidades, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada obtida pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento são aumentados em pelo menos cerca de 1%, por exemplo, pelo menos cerca de 5%, ou pelo menos cerca de 10% comparados com os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada antes do tratamento por alto cisalhamento. Em outras palavras, em determinadas modalidades, o papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem uma resistência à ruptura do papel que é maior que a resistência à ruptura do papel de um papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, como celulose microfibrilada obtida pelo processo de moagem descrito em WO-A-2010/131016, que não foi submetida ao processo de alto cisalhamento descrito no presente documento, por exemplo, uma resistência à ruptura do papel que é pelo menos cerca de 1 % maior, ou pelo menos cerca de 5% maior, ou pelo menos cerca de 10% maior.

[0097] Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtida pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento exibe, tanto de maneira adicional como alternativa, uma ou mais propriedades vantajosas exceto a resistência à ruptura do papel aprimorada. Por exemplo, o papel que compreende a celulose microfibrilada obtida pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento pode exibir índice de ruptura aprimorado, ou resistência à tração aprimorada (por exemplo, índice de tração na direção de máquina), ou resistência ao rasgo aprimorada (por exemplo, índice de rasgo na direção transversal), ou resistência à direção z aprimorada (ligação interna) (também conhecida como resistência de ligação Scott), ou porosidade aprimorada (reduzi-

da) (por exemplo, porosidade Bendsten), ou lisura aprimorada (por exemplo, lisura Bendsten), ou opacidade aprimorada, ou qualquer combinação das mesmas.

[0098] Em uma modalidade, o índice de ruptura é determinado utilizando um testador de Resistência à ruptura L&W com base no método TAPPI T 403 om-91. Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem um índice de ruptura que é maior que o índice de ruptura de um papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, como celulose microfibrilada obtida pelo processo de moagem descrito em WO-A-2010/131016, que não foi submetida ao processo de alto cisalhamento descrito no presente documento, por exemplo, um índice de ruptura que é pelo menos cerca de 1 % maior, ou pelo menos cerca de 5 % maior, ou pelo menos cerca de 10% maior. Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem um índice de ruptura de pelo menos cerca de 1.25 kPa m^2 g^{-1}, por exemplo, pelo menos cerca de 1,30 kPa m^2 g^{-1}, ou pelo menos cerca de 1,32 kPa m^2 g^{-1}, ou pelo menos cerca de 1,34 kPa m^2 g^{-1}, ou pelo menos cerca de 1,36 kPa m^2 g^{-1}, por exemplo, a partir de cerca de 1,25 kPa m^2 g^{-1} a cerca de 1,50 kPa m^2 g^{-1}, ou a partir de cerca de 1,25 kPa m^2 g^{-1} a cerca de 1,45 kPa m^2 g^{-1}, ou a partir de cerca de 1,25 kPa m^2 g^{-1} a cerca de 1,40 kPa m^2 g^{-1}, ou a partir de cerca de 1,30 kPa m^2 g^{-1} a cerca de 1,40 kPa m^2 g^{-1}, ou a partir de cerca de 1,32 kPa m^2 g^{-1} a cerca de 1,40 kPa m^2 g^{-1}, ou a partir de cerca de 1,34 kPa m^2 g^{-1} a cerca de 1,38 kPa m^2 g^{-1}.

[0099] Em uma modalidade, a resistência à tração (por exemplo, índice de tração na direção de máquina) é determinada utilizando um testador de tração Testometrics de acordo com SCAN P16. Em deter-

minadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem uma resistência à tração que é maior que a resistência à tração de um papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, como celulose microfibrilada obtida pelo processo de moagem descrito em WO-A-2010/131016, que não foi submetida ao processo de alto cisalhamento descrito no presente documento, por exemplo, uma resistência à tração que é pelo menos cerca de 1% maior, ou pelo menos cerca de 5 % maior, ou pelo menos cerca de 10% maior. Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem um índice de tração na direção de máquina de pelo menos cerca de 31,5 Nm g^{-1}, por exemplo, pelo menos cerca de 32,0 Nm g^{-1}, ou pelo menos cerca de 32,5 Nm g^{-1}, ou pelo menos cerca de 33,0 Nm g^{-1}, ou a partir de cerca de 32,0 Nm g^{-1} a cerca de 50,0 Nm g^{-1}, ou a partir de cerca de 32,0 Nm g^{-1} a cerca de 45 Nm g^{-1}, ou a partir de cerca de 32,0 Nm g^{-1} a cerca de 45 Nm g^{-1}, ou a partir de cerca de 32,0 Nm g^{-1} a cerca de 40 Nm g^{-1}, ou a partir de cerca de 32,0 Nm g^{-1} a cerca de 35 Nm g^{-1}, ou a partir de cerca de 33,0 Nm g^{-1} a cerca de 35 Nm g^{-1}.

[00100] Em uma modalidade, o índice de resistência ao rasgo na direção transversal é determinado de acordo com o método TAPPI T 414 om-04 (resistência interna ao rasgo de papel (método tipo Elmendorf). Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem um índice de resistência ao rasgo que é maior que o índice de resistência ao rasgo de um papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, como celulose microfibrilada obtida pelo pro-

cesso de moagem descrito em WO-A-2010/131016, que não foi submetida ao processo de alto cisalhamento descrito no presente documento, por exemplo, um índice de resistência ao rasgo que é pelo menos cerca de 1% maior, ou pelo menos cerca de 5 % maior, ou pelo menos cerca de 10% maior. Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem um índice de resistência ao rasgo de pelo menos cerca de 5,45 mN m^2 g^{-1}, por exemplo, pelo menos cerca de 5,50 mN m^2 g^{-1}, ou pelo menos cerca de 5,60 mN m^2 g^{-1}, ou pelo menos cerca de 5,70 mN m^2 g^{-1}, ou pelo menos cerca de 5,80 mN m^2 g^{-1}, por exemplo, a partir de cerca de 5,45 mN m^2 g^{-1} a cerca de 6,50 mN m^2 g^{-1}, ou a partir de cerca de 5,45 mN m^2 g^{-1} a cerca de 6,25 mN m^2 g^{-1}, ou a partir de cerca de 5,45 mN m^2 g^{-1} a cerca de 6,00 mN m^2 g^{-1}, ou a partir de cerca de 5,55 mN m^2 g^{-1} a cerca de 6,00 mN m^2 g^{-1}, ou a partir de cerca de 5,65 mN m^2 g^{-1} a cerca de 6,00 mN m^2 g^{-1}, ou a partir de cerca de 5,75 mN m^2 g^{-1} a cerca de 6,50 mN m^2 g^{-1}, ou a partir de cerca de 5,80 mN m^2 g^{-1} a cerca de 6,00 mN m^2 g^{-1}.

[00101] Em uma modalidade, a resistência à direção z (ligação interna) é determinada utilizando um testador de ligação Scott de acordo com TAPPI T569. Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem uma resistência à direção z (ligação interna (Scott)) que é maior que a resistência à direção z (ligação interna (Scott)) de um papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, como a celulose microfibrilada obtida pelo processo de moagem descrito em WO-A-2010/131016, que não foi submetida ao processo de alto cisalhamento descrito no presente documento, por exemplo, uma resistência à direção z (ligação interna (Scott)) que é pelo menos cerca

de 1% maior, ou pelo menos cerca de 5 % maior, ou pelo menos cerca de 10% maior, ou pelo menos cerca de 20 % maior, ou pelo menos cerca de 30% maior, ou pelo menos cerca de 40 % maior, ou pelo menos cerca de 50 % maior. Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem uma resistência à direção z (ligação interna (Scott bond)) de pelo menos cerca de 130,0 J m^{-2}, por exemplo, pelo menos cerca de 150,0 J m^{-2}, ou pelo menos cerca de 170,0 J m^{-2}, ou pelo menos cerca de 180,0 J m^{-2}, ou pelo menos cerca de 190,0 J m^{-2}, por exemplo, a partir de cerca de 130,0 J m^{-2} a cerca de 250,0 J m^{-2}, ou a partir de cerca de 130,0 J m^{-2} a cerca de 230,0 J m^{-2}, ou a partir de cerca de 150,0 J m^{-2}, a cerca de 210,0 J m^{-2}, ou a partir de cerca de 170,0 J m^{-2} a cerca de 210 J m^{-2}, ou a partir de cerca de 180,0 J m^{-2}, a cerca de 210,0 J m^{-2}, ou a partir de cerca de 190,0 J m^{-2}, a cerca de 200,0 J m^{-2}.

[00102] Em uma modalidade, a porosidade é determinada utilizando um testador de porosidade Modelo Bendsten 5 de acordo com SCAN P21, SCAN P60, BS 4420 e TAPPI UM 535. Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem uma porosidade que é menor que a porosidade de um papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, como a celulose microfibrilada obtida pelo processo de moagem descrito em WO-A-2010/131016, que não foi submetida ao processo de alto cisalhamento descrito no presente documento, por exemplo, uma porosidade que é pelo menos cerca de 1 % menor, ou pelo menos cerca de 5% menor, ou pelo menos cerca de 10% menor, ou pelo menos cerca de 20 % menor, ou pelo menos cerca de 30% menor, ou pelo menos cerca de 40% menor, ou pelo menos cerca de 40 % menor, ou pelo menos cerca de 60 % menor, ou pelo

menos cerca de 70% menor, ou pelo menos cerca de 80 % menor. Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem uma porosidade Bendsten que é menos que cerca de 1000 cm^3 min^{-1}, por exemplo, menos que cerca de 950 cm^3 min^{-1}, ou menos que cerca de 900 cm^3 min^{-1}, ou menos que cerca de 875 cm^3 min^{-1}, ou menos que cerca de 850 cm^3 min^{-1}, ou menos que cerca de 825 cm^3 min^{-1}, ou menos que cerca de 815 cm^3 min^{-1}, ou menos que cerca de 805 cm^3 min^{-1}, por exemplo, a partir de cerca de 700 cm^3 min^{-1} a cerca de 1000 cm^3 min^{-1}, ou a partir de cerca de 750 cm^3 min^{-1} a cerca de 950 cm^3 min^{-1}, ou a partir de cerca de 750 cm^3 min^{-1} a cerca de 900 cm^3 min^{-1}, ou a partir de cerca de 750 cm^3 min^{-1} a menos que cerca de 850 cm^3 min^{-1}.

[00103] Em uma modalidade, a lisura Bendsten é determinada de acordo com SCAN P 21:67. Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem uma lisura que é maior que a lisura de um papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, como celulose microfibrilada obtida pelo processo de moagem descrito em WO-A-2010/131016, que não foi submetido ao processo de alto cisalhamento descrito no presente documento, por exemplo, uma lisura que é pelo menos cerca de 1 % maior, ou pelo menos cerca de 5% maior, ou pelo menos cerca de 10% maior, ou pelo menos cerca de 20% maior, ou pelo menos cerca de 30 % maior. Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem uma lisura Bendsten de pelo menos cerca de 560 cm^3 min^{-1}, por exemplo, pelo menos cerca de 580 cm^3 min^{-1}, ou pelo menos cerca de 600 cm^3 min^{-1}, ou pelo menos cerca de 620 cm^3

min^{-1}, ou pelo menos cerca de 640 cm^3 min^{-1}, ou pelo menos cerca de 660 cm^3 min^{-1}, ou pelo menos cerca de 680 cm^3 min^{-1}, por exemplo, a partir de cerca de 560 cm^3 min^{-1} a cerca de 800 cm^3 min^{-1}, ou a partir de cerca de 600 cm^3 min^{-1} a cerca de 750 cm^3 min^{-1}, ou a partir de cerca de 640 cm^3 min^{-1} a cerca de 725 cm^3 min^{-1}, ou a partir de cerca de 660 cm^3 min^{-1} a cerca de 705 cm^3 min^{-1}.

[00104] Em uma modalidade, a opacidade de amostra de papel (80 gm^{-2}) é medida por meio de um espectrofotômetro Elrepho Datacolor 3300 utilizando um comprimento de onda apropriado para a medição de opacidade. O método de teste padrão é ISO 2471. Primeiro, uma medição da porcentagem da luz incidente refletida é realizada com uma pilha de pelo menos dez folhas de papel sobre uma cavidade preta (Rinfinity). A pilha de folhas é, então, substituída por uma única folha de papel, e uma segunda medição da porcentagem de refletância da única folha sobre a cobertura preta é realizada (R). A porcentagem de opacidade é, então, calculada a partir da fórmula: A porcentagem de opacidade = 100 x R/Rinfinity. Em determinadas modalidades, um produto de papel que compreende a celulose microfibrilada obtenível pelo processo de alto cisalhamento descrito no presente documento tem uma opacidade que é maior que a opacidade de um papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, como a celulose microfibrilada obtida pelo processo de moagem descrito em WO-A-2010/131016, que não foi submetida ao processo de alto cisalhamento descrito no presente documento, por exemplo, uma opacidade que é pelo menos cerca de 0,10 % maior, ou pelo menos cerca de 0,15 % maior, ou pelo menos cerca de 0,20 % maior, ou pelo menos cerca de 0,25 % maior, ou pelo menos cerca de 0,30 % maior.

[00105] O produto pós-alto cisalhamento que compreende celulose microfibrilada terá tipicamente uma viscosidade que é maior que a vis-

cosidade da celulose microfibrilada antes do tratamento por alto cisalhamento. Em determinadas modalidades, o produto pós-alto cisalhamento que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional pode ter uma viscosidade Brookfield (Spindle No. 4, em 10 rpm, e um teor de fibra de 1,5 %, em peso) de pelo menos cerca de 2.000 MPa.s, por exemplo, a partir de cerca de 2.500 a cerca de 13.000 MPa.s, ou a partir de cerca de 2.500 a cerca de 11.000 MPa.s, ou a partir de cerca de 3.000 a cerca de 9.000 MPa.s, ou a partir de cerca de 3.000 a cerca de 7.000 MPa.s, ou a partir de cerca de 3.500 a cerca de 6.000 MPa.s, ou a partir de cerca de 4.000 a cerca de 6.000 MPa.s. A viscosidade Brookfield é determinada de acordo com o seguinte procedimento. Uma amostra da composição, por exemplo, o produto pós-alto cisalhamento, é diluída com água suficiente para gerar um teor de fibra de 1,5 %, em peso. A amostra diluída é, então, bem misturada e sua viscosidade medida utilizando um viscosímetro Brookfield R.V. (spindle No 4) em 10 rpm. A leitura é obtida após 15 segundos para permitir que amostra se estabilize.

[00106] Um processo integrado para a preparação de celulose microfibrilada é resumido na Figura 3. Água 2, polpa de fibra 4, e particulado inorgânico opcional 6 são alimentados em um vaso de moagem 8, por exemplo, um moinho de torre ou um moinho de agitação detrator, contendo um meio de moagem adequado (não mostrado). A polpa de fibra é moída na presença do meio de moagem e material particulado inorgânico opcional de acordo com o processo descrito abaixo e/ou de acordo com o processo de preparação de celulose microfibrilada como descrito em WO-A-2010/131016. A suspensão aquosa resultante que compreende celulose microfibrilada 10 e material particulado inorgânico opcional é, então, alimentada em um misturador de alto cisalhamento em linha 12. O moedor é ajustado com uma peneira ou peneiras apropriadamente dimensionadas (não mostradas) para separar os

meios de moagem da suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional. Opcionalmente, a suspensão aquosa, ou uma porção da mesma, pode ser alimentada em um tanque de mistura 14 e combinada com água adicional 16 para reduzir seu teor de sólidos, produzir uma suspensão aquosa de teor de sólidos reduzido 18, e, então, alimentada no misturador de alto cisalhamento em linha 12. Por exemplo, se o teor de sólidos da suspensão aquosa retirada do moedor for maior que cerca de 10 %, então, a mesma pode ser dirigida para o tanque de mistura para reduzir o teor de sólidos para menos que 10 %. A suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional é submetida a alto cisalhamento no misturador de alto cisalhamento em linha. Periodicamente, o produto pós-alto cisalhamento 20 pode ser recirculado no tanque de mistura 14 para mistura adicional e diluição adicional opcional. Um produto pós-alto cisalhamento final 22 é retirado do misturador de alto cisalhamento em linha 12 e passado para uma zona de processamento adicional 24. A zona de processamento adicional 24 pode compreender meios (não mostrados) para incorporar o produto pós-alto cisalhamento em uma composição de fabricação de papel, e meios (não mostrados) para produzir um produto de papel a partir da composição de fabricação de papel. A zona de processamento adicional 24 também pode compreender maios (não mostrados) para revestir o produto de papel.

[00107] Em determinadas modalidades, a celulose microfibrilada, antes do tratamento por alto cisalhamento, é preparada em um primeiro local e submetida a alto cisalhamento em um segundo local separado, por exemplo, distante, do primeiro local. A celulose microfibrilada preparada no primeiro local pode ser transportada para o segundo local por via rodoviária, ferroviária, marítima ou aérea, ou canalizada, ou qualquer combinação dos mesmos. Em determinadas modalidades, a

celulose microfibrilada preparada no primeiro local é tratada para reduzir seu teor de água e, opcionalmente combinada com aditivos adicionais, por exemplo, floculantes, conservantes e/ou biocidas e, então, transportada para o segundo local, onde a mesma pode ser reduzida até o teor de sólidos adequado e submetida a tratamento por alto cisalhamento. Os aditivos adicionais incluem, por exemplo, um ou mais floculantes de poliacrilamida cationicamente modificada de alta massa molecular e/ou um ou mais biocidas de BIT (2-Benzisotiazolin-3-ona), CMIT (5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona) e MIT (Metilisotiazolinona) (disponíveis junto à The Dow Chemical Company), biocida de DBNPA (disponível junto à The Dow Chemical Company), peróxido de hidrogênio, glutaraldeído e/ou THPS sulfato de (Tetraquis(hidroximetil)fosfônio). Blendas de BIT, MIT e CMIT podem ser adicionadas, por exemplo, uma blenda de BIT e MIT, ou uma blenda de CMIT e MIT. Para o transporte, a celulose microfibrilada pode estar sob a forma de um produto parcialmente seco ou essencialmente seco, como descrito no presente documento. Qualquer técnica adequada pode ser usada para remover água do produto de celulose microfibrilada, por exemplo, por gravidade ou drenagem assistida por vácuo, com ou sem prensagem ou por prensagem, ou por evaporação, ou por filtração, ou por uma combinação dessas técnicas. Por exemplo, no primeiro local, o teor de água da celulose microfibrilada pode ser reduzido para menos que cerca de 80 % em volume, ou menos que cerca de 70 % em volume, ou menos que cerca de 60 % em volume, ou menos que cerca de 50 % em volume, ou menos que cerca de 40 % em volume, ou menos que cerca de 30 % em volume, ou menos que cerca de 20 % em volume, ou menos que cerca de 15 % em volume, ou menos que 10 % em volume, ou menos que cerca de 5 % em volume, ou menos que cerca de 2 % em volume, ou menos que cerca de 1 % em volume, com base no volume total de água no produto de celulose mi-

crofibrilada antes da remoção de água, antes de ser transportado para o segundo local. A distância, determinada pelo modo e rota de transporte, entre o primeiro local e o segundo local pode ser entre cerca de 100 metros e cerca de 10.000 km, por exemplo, entre cerca de 1 km e cerca de 7.500 km, ou entre cerca de 1 km e cerca de 5.000 km, ou pelo menos cerca de 10 km, ou pelo menos cerca de 50 km, ou pelo menos cerca de 100 km, ou pelo menos cerca de 250 km, ou pelo menos cerca de 500 km, ou pelo menos cerca de 750 km, ou pelo menos cerca de 1,000 km.

Produtos de papel e composições de fabricação de papel

[00108] O termo "produto de papel" como usado em conjunto com a presente invenção, deve ser entendido para significar todas as formas de papel, inclusive cartão como, por exemplo, cartão com linhas brancas e cartão canelado, cartolina, papelão, cartão revestido, e similares. Há inúmeros tipos de papel, revestido ou não revestido, que podem ser feitos de acordo com a presente invenção, inclusive papel adequado para livros, revistas, jornais e similares, e papéis de escritório. O papel pode ser calandrado ou supercalandrado como apropriado; por exemplo, o papel de revista supercalandrado para rotogravura e impressão por offset pode ser produzido de acordo com os presentes métodos. O papel adequado para revestimento de peso leve (LWC), revestimento de peso médio (MWC) ou pigmentação acabada à máquina (MFP) também pode ser produzido de acordo com os presentes métodos. O papel e cartão revestidos que têm propriedades de barreira adequadas para embalagem de alimentos e similares também podem ser feitos de acordo com os presentes métodos.

[00109] Em determinadas modalidades, o produto de papel que compreende a partir de cerca de 0,1 a cerca de 10 %, em peso de celulose microfibrilada que foi submetida a alto cisalhamento de acordo com os processos descritos no presente documento, por exemplo, a

partir de cerca de 0,1 a cerca de 8,0 %, em peso, de celulose microfibrilada, ou a partir de cerca de 0,1 a cerca de 7,0 %, em peso, de celulose microfibrilada, ou a partir de cerca de 0,1 a cerca de 6,0 %, em peso, de celulose microfibrilada, ou a partir de cerca de 0,25 a cerca de 6,0 %, em peso, de celulose microfibrilada, ou a partir de cerca de 0,5 a cerca de 6,0 %, em peso, de celulose microfibrilada, ou a partir de cerca de 1,0 a cerca de 6,0 %, em peso, de celulose microfibrilada, ou a partir de cerca de 1,5 a cerca de 6,0 %, em peso, de celulose microfibrilada, ou a partir de cerca de 2,0 a cerca de 6,0 %, em peso, de celulose microfibrilada, ou a partir de cerca de 2,5 a cerca de 5,5 %, em peso, de celulose microfibrilada, ou a partir de cerca de 2,5 a cerca de 5,0 %, em peso, de celulose microfibrilada.

[00110] Em determinadas modalidades, o produto de papel compreende a partir de cerca de 1 a cerca de 50 %, em peso, de material particulado inorgânico, por exemplo, a partir de cerca de 5 a cerca de 45 %, em peso, de material particulado inorgânico, ou a partir de cerca de 10 a cerca de 45 %, em peso, de material particulado inorgânico, ou a partir de cerca de 15 a cerca de 45 %, em peso, de material particulado inorgânico, ou a partir de cerca de 20 a cerca de 45 %, em peso, de material particulado inorgânico, ou a partir de cerca de 25 a cerca de 45 %, em peso, de material particulado inorgânico, ou a partir de cerca de 30 a cerca de 45 %, em peso, de material particulado inorgânico, ou a partir de cerca de 35 a cerca de 45 %, em peso, de material particulado inorgânico ou a partir de cerca de 20 a cerca de 40 %, em peso, de material particulado inorgânico, ou a partir de cerca de 30 a cerca de 50 %, em peso, de material particulado inorgânico, ou a partir de cerca de 30 a cerca de 40 %, em peso, de material particulado inorgânico, ou a partir de cerca de 40 a cerca de 50 %, em peso, de material particulado inorgânico.

[00111] O produto de papel pode compreender outros aditivos opci-

onais que incluem, mas não se limitam a, dispersante, biocida, auxiliares de suspensão, sal(is) e outros aditivos, por exemplo, amido ou carbóxi metil celulose ou polímeros, que podem facilitar a interação de partículas minerais e fibras.

[00112] Em determinadas modalidades, o produto de papel tem uma resistência à ruptura do papel que é aprimorada em relação a um produto de papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, como a celulose microfibrilada obtida pelo processo de moagem descrito em WO-A-2010/131016, que não foi submetida ao processo de alto cisalhamento descrito no presente documento.

[00113] Em determinadas modalidades, o produto de papel tem uma resistência à ruptura de pelo menos cerca de 85 como determinado utilizando um testador de ruptura Messemer Buchnel de acordo com SCAN P24, por exemplo, pelo menos cerca de 86, ou pelo menos cerca de 87, ou pelo menos cerca de 88, ou pelo menos cerca de 89, ou pelo menos cerca de 90, ou pelo menos cerca de 91, ou pelo menos cerca de 92, ou pelo menos cerca de 93, ou pelo menos cerca de 94, ou pelo menos cerca de 95.

[00114] Também proporciona-se uma composição de fabricação de papel que pode ser usada para preparar os produtos de papel da presente invenção.

[00115] Em um processo de fabricação de papel típico, uma polpa contendo celulose é preparada por qualquer tratamento químico ou mecânico adequado, ou combinação dos mesmos, que são bem conhecidos na técnica. A polpa pode ser derivada de qualquer fonte adequada como madeira, gramíneas (por exemplo, cana-de-açúcar, bambu) ou trapos (por exemplo, resíduos têxteis, algodão, cânhamo ou linho). A polpa pode ser branqueada de acordo com processos que são bem conhecidos pelos versados na técnica e aqueles processos

adequados para uso na presente invenção serão prontamente evidentes. A polpa de celulose branqueada pode ser batida, refinada, ou ambos, a uma drenabilidade predeterminada (relatada na técnica como a medida de drenabilidade Canadian standard freeness (CSF) em cm^3). Um estoque de papel adequado é, então, preparado a partir da polpa branqueada e batida.

[00116] A composição de fabricação de papel da presente invenção compreende quantidades adequadas de polpa, material particulado inorgânico opcional, e outros aditivos convencionais opcionais conhecidos na técnica, para obter um produto de papel de acordo com a invenção.

[00117] A composição de fabricação de papel também pode conter um auxiliar de retenção não iônico, catiônico ou aniônico ou sistema de retenção de micropartículas em uma quantidade na faixa a partir de cerca de 0,01 a 2%, em peso, com base no peso do produto de papel. Geralmente, quanto maior for a quantidade de material particulado inorgânico, maior será a quantidade de auxiliar de retenção. A mesma também pode conter um agente de dimensionamento que pode ser, por exemplo, um dímero de alquilceteno de cadeia longa, uma emulsão de cera ou um derivado de ácido succínico. A composição de fabricação de papel também pode conter corante e/ou um agente de branqueamento óptico. A composição de fabricação de papel também pode compreender auxiliares de resistência secos e úmidos como, por exemplo, amido ou copolímeros de epicloridrina.

[00118] Em determinadas modalidades, o produto de papel pode ser revestido com uma composição de revestimento.

[00119] A composição de revestimento pode ser uma composição que confere determinadas qualidades ao papel, inclusive peso, brilho de superfície, lisura ou absorção de tinta reduzida. Por exemplo, uma composição contendo caulim ou carbonato de cálcio pode ser usada

para revestir o papel de produto de papel. Uma composição de revestimento pode incluir um aglutinante, por exemplo, látexes de estireno-butadieno e aglutinantes orgânicos naturais como amido. A formulação de revestimento também pode conter outros aditivos conhecidos para composições de revestimento. Os aditivos exemplificativos são descritos em WO-A-2010/131016 a partir da página 21, linha 15 à página 24, linha 2.

[00120] Em determinadas modalidades, a composição de revestimento pode compreender celulose microfibrilada obtida pelos processos descritos no presente documento, por exemplo, celulose microfibrilada obtenível pelo processo de acordo com o primeiro aspecto da presente invenção e/ou celulose microfibrilada obtenível pelos processos descritos em WO-A-2010/131016.

[00121] Os métodos de revestimento de papel e outros materiais de folha, e aparelho para realizar os métodos, são amplamente publicados e bem conhecidos. Tais métodos e aparelho conhecidos podem ser convenientemente usados para preparar papel revestido. Por exemplo, há uma análise de tais métodos publicada em Pulp and Paper International, May 1994, página 18 *et seq*. As folhas podem ser revestidas sobre a máquina de formação de folha, isto é, "na máquina", ou "fora da máquina" em um revestidor ou máquina de revestimento. O uso de composições com alto teor de sólidos é desejado no método de revestimento, pois as mesmas deixam menos água para evaporar subsequentemente. Entretanto, como é bem conhecido na técnica, o nível de sólidos não deve ser tão alto que problemas de alta viscosidade e nivelamento sejam introduzidos. Os métodos de revestimento podem ser realizados utilizando um aparelho que compreende (i) uma aplicação para aplicar a composição de revestimento ao material que será revestido e (ii) um dispositivo de medição para garantir que um nível correto de composição de revestimento seja aplicado.

Quando um excesso de composição de revestimento é aplicado ao aplicador, o dispositivo de medição fica a jusante do mesmo. Alternativamente, a quantidade correta de composição de revestimento pode ser aplicada ao aplicador pelo dispositivo de medição, por exemplo, como uma prensa de filme. Nos pontos de aplicação e medição de revestimento, o suporte de manta de papel se estende a partir de um rolo de apoio, por exemplo, através de um ou dois aplicadores, a nada (isto é, somente tensão). O tempo que o revestimento fica em contato com o papel antes de o excesso ser finalmente removido é o tempo de permanência – e esse pode ser curto, longo ou variável.

[00122] O revestimento é geralmente adicionado por uma cabeça de revestimento em uma estação de revestimento. De acordo com a qualidade desejada, as classes de papel são não revestido, unicamente revestido, duplamente revestido e ainda triplamente revestido. Quando proporciona-se mais de um revestimento, o revestimento inicial (pré-revestimento) pode ter uma formulação mais econômica e, opcionalmente pigmento mais grosso na composição de revestimento. Um revestidor que está aplicando revestimento sobre cada lado do papel terá duas ou quatro cabeças de revestimento, dependendo do número de camadas de revestimento aplicadas sobre cada lado. A maioria das cabeças de revestimento reveste somente um lado de cada vez, porém alguns revestidores de rolo (por exemplo, prensas de filme, rolos de porta, e prensas de tamanho) revestem ambos os lados de uma só vez.

[00123] Exemplos de revestidores conhecidos que podem ser empregados incluem, sem limitação, revestidores à faca de ar, revestidores à lâmina, revestidores à haste, revestidores à barra, revestidores de múltiplas cabeças, revestidores por rolo, revestidores por rolo ou lâmina, revestidores por fusão, revestidores de laboratório, revestidores de gravura, revestidores superficiais, sistemas de aplicação de lí-

quido, revestidores por rolo inverso, revestidores à cortina, revestidores por aspersão e revestidores por extrusão.

[00124] Água pode ser adicionada aos sólidos compreendendo a composição de revestimento para gerar uma concentração de sólidos que é preferencialmente tal que, quando a composição for revestida sobre uma folha a um peso de revestimento alvo desejado, a composição tenha uma reologia que seja adequada para permitir que a composição seja revestida com uma pressão (isto é, uma pressão de lâmina) entre 100 e 150 kPa.

[00125] A calandragem é um processo bem conhecido em que a lisura e brilho de papel são aprimoradas e o volume é reduzido ao passar uma folha de papel revestido entre os estranguladores ou rolos de calandra uma ou mais vezes. Geralmente, os rolos revestidos por elastômero são empregados para gerar a prensagem de composições com alto teor de sólidos. Uma temperatura elevada pode ser aplicada. Uma ou mais passagens (por exemplo, até cerca de 12, ou às vezes mais) através dos estranguladores podem ser aplicadas.

[00126] A supercalendragem é uma operação de acabamento de papel que consiste em um grau adicional de calendragem. Conforme a calendragem, a supercalandragem é um processo bem conhecido. A supercalandra proporciona ao produto de papel um acabamento de alto brilho, sendo que a extensão de supercalendragem determina a extensão do brilho. Uma máquina de supercalandragem típica compreende uma pilha alternada vertical de rolos de aço polido duros e algodão macio (ou outro material resiliente), por exemplo, rolos revestidos com elastômero. O rolo duro é fortemente prensado contra o rolo macio, que compreende o material. À medida que a manta de papel passa através desse estrangulamento, a força gerada à medida que o rolo macio se esforça para retornar para suas dimensões originais "pule" o papel, gerando o brilho adicional e acabamento em esmalte típico

de papel supercalandrado.

[00127] As etapas na formação de um produto de papel final a partir de uma composição de fabricação de papel são convencionais e bem conhecidas na técnica e geralmente compreendem a formação de folhas de papel que têm um peso base alvejado, dependendo do tipo de papel que está sendo fabricado.

[00128] Para evitar dúvidas, o presente pedido se refere ao assunto descrito nos seguintes parágrafos numerados:

[00129] 1. Um processo para modificar os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel de celulose microfibrilada, sendo que o dito processo compreende submeter uma suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e, opcionalmente material particulado inorgânico a alto cisalhamento, em que o alto cisalhamento é gerado, pelo menos em parte, por um elemento cisalhante móvel, para modificar os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada.

[00130] 2. Um processo, de acordo com o parágrafo numerado 1, para aprimorar os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel de celulose microfibrilada, sendo que o dito processo compreende submeter a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e, opcionalmente material particulado inorgânico a alto cisalhamento para aprimorar os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada.

[00131] 3. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, em que o elemento cisalhante móvel fica alojado dentro de um aparelho de mistura rotor/estator de alto cisalhamento, e o processo compreende submeter a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada a alto cisalhamento no dito aparelho de mistura rotor/estator para modificar, por exemplo, aprimorar, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada.

[00132] 4. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, em que a celulose microfibrilada da suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada tem, antes do alto cisalhamento, uma inclinação de fibra a partir de cerca de 20 a cerca de 50.

[00133] 5. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, em que a celulose microfibrilada da suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada tem, antes do alto cisalhamento, um d_{50} de fibra de pelo menos cerca de 50 µm.

[00134] 6. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, que compreende adicionalmente obter a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada, opcionalmente em que a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada é obtida por um processamento que compreende microfibrilar um substrato fibroso que compreende celulose em um ambiente aquoso na presença de um meio de moagem e, opcionalmente, na presença do dito material particulado inorgânico suspensão que compreende material fibroso e material inorgânico opcional.

[00135] 7. Um processo, de acordo com o parágrafo numerado 6, em que o dito processo de microfibrilação compreende moer o substrato fibroso que compreende celulose na presença do meio de moagem e material particulado inorgânico opcional.

[00136] 8. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, em que o material particulado inorgânico, quando presente, é um carbonato ou sulfato de metal alcalino-terroso, como carbonato de cálcio, por exemplo, carbonato de cálcio natural e/ou carbonato de cálcio precipitado, carbonato de magnésio, dolomita, gesso, uma argila de candita aquosa como caulim, haloisita ou argila peletizada, uma argila de candita anidra (calcinada) como metacaulim ou caulim completamente calcinado, talco, mica, perlita ou terra diatomácea, ou hidróxido de magnésio ou tri-hidrato de alumínio, ou combina-

ções dos mesmos.

[00137] 9. Um processo, de acordo com o parágrafo numerado 8, em que o particulado inorgânico é carbonato de cálcio, opcionalmente em que pelo menos cerca de 50%, em peso do carbonato de cálcio tem um e.s.d. menor que cerca de 2 μm.

[00138] 10. Um processo, de acordo com o parágrafo numerado 8, em que o material particulado inorgânico é caulim, opcionalmente em que pelo menos cerca de 50%, em peso do caulim têm um e.s.d. menor que cerca de 2 μm.

[00139] 11. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, em que o d_{50} de fibra da celulose microfibrilada é, após o alto cisalhamento, reduzido, por exemplo, reduzido em pelo menos cerca de 1%, ou pelo menos cerca de 5%, ou pelo menos cerca de 10%, ou pelo menos cerca de 50%.

[00140] 12. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, em que, após o alto cisalhamento, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada são aumentados em pelo menos cerca de 1 %, por exemplo, pelo menos cerca de 5 %, ou pelo menos cerca de 10 %.

[00141] 13. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, em que, após o alto cisalhamento, a celulose microfibrilada tem uma viscosidade Brookfield (Spindle No. 4, em 10 rpm, e um teor de fibra de 1,5 %, em peso) de pelo menos cerca de 2000 MPa.s.

[00142] 14. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, em que o processo é um processo em batelada ou um processo contínuo.

[00143] 15. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, em que a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada é agitada em um tanque de mistura antes do alto cisalhamento e/ou durante o processo.

[00144] 16. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, em que a entrada de energia total durante o alto cisalhamento, E, é calculada como, E = P/W, em que E é entrada de energia total por tonelada (kWh/t) de material celulósico na suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada, P é a entrada de energia total (kWh) e W é o peso total de material celulósico (em toneladas).

[00145] 17. Um processo, de acordo com qualquer parágrafo numerado anterior, que compreende adicionalmente preparar uma composição de fabricação de papel que compreende celulose microfibrilada e, opcionalmente material particulado inorgânico, obtenível pelo processo de qualquer reivindicação anterior.

[00146] 18. Um processo, de acordo com o parágrafo numerado 17, que compreende adicionalmente preparar um produto de papel a partir da composição de fabricação de papel.

[00147] 19. Uma suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e, opcionalmente material particulado inorgânico, obtenível pelo processo de qualquer um dos parágrafos numerados 1 a 16.

[00148] 20. Uma composição de fabricação de papel obtenível pelo processo de parágrafo numerado 17.

[00149] 21. Um produto de papel obtenível pelo processo de parágrafo numerado 18, em que o produto de papel tem uma primeira resistência à ruptura que é maior que uma segunda resistência à ruptura de um produto de papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada conforme definido em qualquer um dentre os parágrafos numerados 1, 4 e 5 (antes do alto cisalhamento).

[00150] 22. Um produto de papel, de acordo com o parágrafo numerado 21, em que o produto de papel compreende a partir de cerca de 0,1 a cerca de 5 %, em peso, de celulose microfibrilada e, opcional-

mente até cerca de 50 %, em peso, de material particulado inorgânico.

[00151] Para evitar dúvidas, o presente pedido se refere ao assunto descrito nos seguintes parágrafos numerados:

[00152] 1a. Um processo para tratar celulose microfibrilada, sendo que o dito processo compreende submeter uma suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e, opcionalmente, material particulado inorgânico a alto cisalhamento, em que o alto cisalhamento é gerado, pelo menos em parte, por um elemento cisalhante móvel.

[00153] 2a. Um processo, de acordo com o parágrafo numerado 1a, para modificar, por exemplo, aprimorar, um ou mais atributos otimizadores de propriedades de papel de celulose microfibrilada, sendo que o dito processo compreende submeter a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e, opcionalmente, material particulado inorgânico a alto cisalhamento para modificar, por exemplo, aprimorar, um atributo otimizador de propriedades de papel da celulose microfibrilada.

[00154] 3a. Um processo, de acordo com o parágrafo numerados 1a ou 2a, em que o elemento cisalhante móvel fica alojado dentro de um aparelho de mistura tipo rotor/estator de alto cisalhamento, e o processo compreende submeter a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada a alto cisalhamento no dito aparelho de mistura rotor/estator para modificar, por exemplo, aprimorar, o um ou mais atributos otimizadores de propriedades de papel da celulose microfibrilada.

[00155] 4a. Um processo, de acordo com qualquer um dos parágrafos numerados 1a a 3a, em que (i) a celulose microfibrilada da suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada tem, antes do alto cisalhamento, uma inclinação de fibra a partir de cerca de 20 a cerca de 50, e/ou (ii) a celulose microfibrilada da suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada tem, antes do alto cisalhamen-

to, um d50 de fibra de pelo menos cerca de 50 µm.

[00156] 5a. Um processo, de acordo com qualquer um dos parágrafos numerados 1a a 4a, que compreende adicionalmente obter a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada, opcionalmente em que a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada é obtida por um processamento que compreende microfibrilar um substrato fibroso que compreende celulose em um ambiente aquoso na presença de um meio de moagem e, opcionalmente, na presença do dito material particulado inorgânico suspensão que compreende material fibroso e material inorgânico opcional.

[00157] 6a. Um processo, de acordo com a reivindicação 5a, em que o dito processo de microfibrilação compreende moer o substrato fibroso que compreende celulose na presença do meio de moagem e material particulado inorgânico opcional.

[00158] 7a. Um processo, de acordo com qualquer um dos parágrafos numerados 1a a 6a, em que o material particulado inorgânico, quando presente, é um carbonato ou sulfato de metal alcalino-terroso, como carbonato de cálcio, por exemplo, carbonato de cálcio natural e/ou carbonato de cálcio precipitado, carbonato de magnésio, dolomita, gesso, uma argila de candita aquosa como caulim, haloisita ou argila peletizada, uma argila de candita anidra (calcinada) como metacaulim ou caulim completamente calcinado, talco, mica, perlita ou terra diatomácea, ou hidróxido de magnésio ou tri-hidrato de alumínio, ou combinações dos mesmos

[00159] 8a. Um processo, de acordo com o parágrafo numerado 7a, em que (i) o particulado inorgânico é carbonato de cálcio, opcionalmente em que pelo menos cerca de 50 %, em peso, do carbonato de cálcio têm um e.s.d. menor que cerca de 2 µm, ou (ii) o material particulado inorgânico é caulim, opcionalmente em que pelo menos cerca de 50 %, em peso, do caulim têm um e.s.d. de menos que cerca de 2

µm.

[00160] 9a. Um processo, de acordo com qualquer um dos parágrafos numerados 1a a 7a, em que o d50 de fibra da celulose microfibrilada é, após o alto cisalhamento, reduzido, por exemplo, reduzido em pelo menos cerca de 1 %, ou pelo menos cerca de 5 %, ou pelo menos cerca de 10 %, ou pelo menos cerca de 50 %.

[00161] 10a. Um processo, de acordo com qualquer um dos parágrafos numerados 1a a 9a, em que, após o alto cisalhamento, os:

[00162] (i) atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada são aumentados em pelo menos cerca de 1 %, por exemplo, pelo menos cerca de 5 %, ou pelo menos cerca de 10 %; e/ou

[00163] (ii) atributos otimizadores de papel índice de ruptura da celulose microfibrilada são aumentados em pelo menos cerca de 1 %, ou pelo menos cerca de 5 %, ou pelo menos cerca de 10%; e/ou

[00164] (iii) atributos otimizadores de resistência à tração da celulose microfibrilada são aumentados em pelo menos cerca de 1 %, ou pelo menos cerca de 5 %, ou pelo menos cerca de 10%, e/ou

[00165] (iv) atributos otimizadores de resistência à direção z (ligação interna (Scott bond)) da celulose microfibrilada são aumentados em pelo menos cerca de 1 %, ou pelo menos cerca de 5 %, ou pelo menos cerca de 10%, ou pelo menos cerca de 20 %, ou pelo menos cerca de 30 %, ou pelo menos cerca de 40 %, ou pelo menos cerca de 50 %; e/ou

[00166] (v) atributos otimizadores de resistência ao rasgo da celulose microfibrilada são aumentados em pelo menos cerca de 1 %, ou pelo menos cerca de 5 %, ou pelo menos cerca de 10%; e/ou

[00167] (vi) atributos otimizadores de porosidade (isto é, redutores de porosidade) da celulose microfibrilada são aumentados em pelo menos cerca de 1 %, ou pelo menos cerca de 5 %, ou pelo menos

cerca de 10%, ou pelo menos cerca de 20 %, ou pelo menos cerca de 30 %, ou pelo menos cerca de 40 %, ou pelo menos cerca de 50 %, ou pelo menos cerca de 60 %, ou pelo menos cerca de 70 %, ou pelo menos cerca de 80 %; e/ou

[00168] (vii) atributos otimizadores de lisura da celulose microfibrilada são aumentados em pelo menos cerca de 1 %, ou pelo menos cerca de 5 %, ou pelo menos cerca de 10%, ou pelo menos cerca de 20 %, ou pelo menos cerca de 30 %; e e/ou

[00169] (viii) atributos otimizadores de opacidade da celulose microfibrilada são aumentados em pelo menos cerca de 0,10 %, ou pelo menos cerca de 0,15 %, ou pelo menos cerca de 0,20 %, ou pelo menos cerca de 0,25 %, ou pelo menos cerca de 0,30 %.

[00170] 11a. Método, de acordo com os parágrafos numerados 5a ou 6a, em que após o término da moagem e antes do tratamento por alto cisalhamento, o produto contendo celulose microfibrilada é removido por lavagem do aparelho de microfibrilação com água ou qualquer outro líquido adequado.

[00171] 12a. Um processo, de acordo com qualquer um dos parágrafos numerados 1a a 11a, em que a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada é agitada em um tanque de mistura antes do alto cisalhamento e/ou durante o processo.

[00172] 13a. Um processo, de acordo com qualquer um dos parágrafos numerados 1a a 12a, em que a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional submetida a alto cisalhamento tem um teor de sólidos de não mais que cerca de 25 %, em peso, e/ou um teor de sólidos de fibra de não mais que cerca de 8 %, em peso.

[00173] 14a. Um processo, de acordo com qualquer um dos parágrafos numerados 1a a 13a, em que a uma ou mais propriedades de papel são selecionadas a partir de: (i) resistência à ruptura do papel;

(ii) índice de ruptura; (iii) resistência à tração, (iv) resistência na direção z (ligação interna (Scott bond)), (v) resistência ao rasgo), (vi) porosidade, (vii) lisura, e (viii) opacidade.

[00174] 15a. Um processo, de acordo com qualquer um dos parágrafos numerados 1a a 14a, que compreende adicionalmente preparar uma composição de fabricação de papel que compreende celulose microfibrilada e opcionalmente material particulado inorgânico, obtenível pelo processo de qualquer reivindicação anterior, opcionalmente que compreende adicionalmente preparar um produto de papel a partir da composição de fabricação de papel.

[00175] 16a. Uma suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e, opcionalmente material particulado inorgânico, obtenível pelo processo de qualquer um dos parágrafos numerados 1a a 14a.

[00176] 17a. Uma composição de fabricação de papel obtenível pelo processo de reivindicação 15a.

[00177] 18a. Um produto de papel obtenível pelo processo de reivindicação 15a, em que o produto de papel tem:

[00178] (i) uma primeira resistência à ruptura que é maior que uma segunda resistência à ruptura de um produto de papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 e 4 (antes do alto cisalhamento); e/ou

[00179] (ii) um primeiro índice de ruptura que é maior que um segundo índice de ruptura de um produto de papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 e 4 (antes do alto cisalhamento); e/ou

[00180] (iii) uma primeira resistência à tração que é maior que uma segunda resistência à tração de um produto de papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada,

conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 e 4 (antes de alto cisalhamento), e/ou

[00181] (iv) uma primeira resistência à direção z (ligação interna (Scott bond)) que é maior que uma segunda resistência à direção z (ligação interna (Scott)) de um produto de papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 e 4 (antes de alto cisalhamento); e/ou

[00182] (v) uma primeira resistência ao rasgo que é maior que uma segunda resistência ao rasgo de um produto de papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 e 4 (antes do alto cisalhamento); e/ou

[00183] (vi) uma primeira porosidade que é menor que uma segunda resistência à ruptura de um produto de papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 e 4 (antes do alto cisalhamento); e/ou

[00184] (vii) uma primeira lisura que é maior que uma segunda lisura de um produto de papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 e 4 (antes do alto cisalhamento); e/ou

[00185] (viii) uma primeira opacidade que é maior que uma segunda opacidade de um produto de papel comparável que compreende uma quantidade equivalente de celulose microfibrilada, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 e 4 (antes do alto cisalhamento) opcionalmente em que o produto de papel compreende a partir de cerca de 0,1 a cerca de 5 %, em peso, de celulose microfibrilada e, opcionalmente, até cerca de 50 %, em peso, de material particulado

inorgânico.

EXEMPLOS

Materiais

[00186] Polpa de madeira: polpa de Celulose Branqueada de Fibras Longas do Norte da Europa (Botnia RM90 de MetsaBotnia, embebida por 4 horas)

Particulado inorgânico:

[00187] (1) carbonato de cálcio moído tendo uma distribuição de tamanho de partícula de modo que cerca de 60 %, em peso, das partículas tenham um e.s.d. de menos que 2 µm

[00188] (2) particulado de caulim que tem uma distribuição de tamanho de partícula de modo que cerca de 50 %, em peso, das partículas tenham um e.s.d. de menos que 2 µm

Aparelho e procedimentos experimentais

- produção em moinho de torre

[00189] O moinho de torre usado era um moinho vertical 15 kW compreendido de uma coluna vertical com um diâmetro interno de 250 mm e um eixo impulsor vertical que tem um corte transversal circular e um diâmetro de 220 cm. A alimentação que consiste em 6,4% de particulado inorgânico (1) ou (2) e 1,6% de teor de fibra (corresponde ao peso seco total de fibra na polpa de madeira) foi preparada em um tanque de mistura antes do processo de moagem. O processo de moagem foi realizado em velocidade de eixo de 500 rpm utilizando meios de moagem de zircônia de 3 mm com a mistura de polpa e carga sendo alimentada a partir da parte inferior do moedor. As amostras foram moídas a entradas de energia na faixa de 0 a 5000 kWh/t de fibra ao ajustar a associação da mistura de polpa.

- Produção em Moedor de Agitação Detrator (SMD)

[00190] O moedor SMD usado era um 185 kW Bottom Screened Detritor. Os impulsores têm um corte transversal cilíndrico.

[00191] Para cada experimento, o moedor foi carregado com meios de moagem, polpa, particulado inorgânico (1) e água. O moedor foi parado quando o mesmo alcançou um ponto de ajuste de energia predeterminado. Para coletar o produto, água foi adicionada ao moedor para diluir o produto antes de ser descarregado nos tanques de armazenamento.

[00192] O produto diluído foi armazenado em tanques de armazenamento para permitir o adensamento por gravidade durante aproximadamente 1 a 2 dias. O sobrenadante transparente foi, então, removido de modo que o produto final tenha um teor de sólidos total de ~8,0 %.

- Produção de bolo com alto teor de sólidos

[00193] Para a preparação de amostra de bolo com alto teor de sólidos, o produto diluído antes do adensamento por gravidade foi desidratado utilizando um decantador centrífugo em escala laboratorial (Sharples P600). Antes do estágio de desidratação, a centrífuga foi configurada ao ajustar a profundidade de tanque a uma configuração média e limitar a velocidade diferencial (diferença entre a velocidade de recipiente e rolagem). Essa velocidade diferencial foi ajustada em 10 rpm enquanto mantém uma velocidade de recipiente máxima de 2500 rpm.

- Tratamento por alto cisalhamento em linha

[00194] Para cada experimento, aproximadamente 100 L de 8 % de sólidos (água foi adicionada se os sólidos fossem >8%) de produto de moagem foram medidos em um tanque de mistura e homogeneamente misturados durante pelo menos 1 minuto. O produto misturado foi, então, passado através de um misturador Silverson em linha, em que a ação de alto cisalhamentoing ocorreu, e reciclado novamente para o tanque de mistura. O produto foi recirculado em fluxo constante e 500 ml de amostra foram coletados da válvula de drenagem em um intervalo de tempo de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 90 minutos. A en-

trada de energia, E, pelo misturador Silverson foi calculada como,

$$E = \frac{P}{MFC}$$

[00195] em que E é a entrada de energia total por tonelada de fibra (kWh/t), P é a entrada de energia total (kWh) e MFC é o peso total de fibra no produto (tonelada).

- Teste de viscosidade

[00196] As amostras de produto de moagem foram diluídas com água suficiente para gerar um teor de fibra de 1,5 %, em peso. As amostras diluídas foram bem misturadas e sua viscosidade medida utilizando um viscosímetro Brookfield R.V. (Spindle No 4) em 10 rpm. Para cada amostra, a leitura foi obtida após 15 segundos para permitir que a mesma se estabilize.

- Medição de distribuição de tamanho de partícula

[00197] Antes do teste, uma solução dispersante foi misturada na amostra (5 ml de 1,5 % de policrilato de sódio por 3 g de produto seco) e a mistura foi complementada com 80 ml utilizando água deionizada. A distribuição de tamanho de partícula de todas as amostras foi, então, medida utilizando um MasterSizer 'S' (Malvern, UK).

- Teste rápido de amostra de papel

[00198] Os produtos preparados de acordo com os procedimentos acima foram avaliados como cargas em amostras de papel. Geralmente, um lote de polpa química branqueada que compreende 70 partes de eucalipto e 30 partes de polpa de celulose branqueada de fibras longas do norte da Europa foram batidas em um batedor Valley para gerar um CSF de 520cm^3. Após a desintegração e diluição a 2% de estoque grosso, a fibra foi diluída para 0,3%, em peso, de consistência para a fabricação de folha.

[00199] Pasta fluida de carga (que compreende a celulose microfibrilada e particulado inorgânico pós-alto cisalhamento) foi adicionada juntamente com o auxiliar de retenção (Ciba, Percol 292, 0,02%, em

peso, em composição de fabrico). As amostras de papel foram feitas em uma base de peso de 80 gm^{-2} utilizando um molde de amostra de folha britânico de acordo com métodos padrão (por exemplo, SCAN C 26:76 (M 5:76). As folhas foram preparadas em aproximadamente 15 e 25 partes de carregamento de particulado inorgânico e o valor de resistência à ruptura em 20% de carregamento de particulado inorgânico interpolado a partir desses dados. O ruptura em 20% de carregamento foi expresso como uma porcentagem do valor não carregado.

[00200] A resistência à ruptura do papel foi determinada utilizando um testador de ruptura Messemer Buchnel de acordo com SCAN P24.

Experimento 1 – amostra de SMD

[00201] O produto de moagem de SMD do Experimento 1 consiste em um teor de sólidos total de 10 % e um teor de sólidos de fibra de 2 %.

[00202] O produto de moagem de SMD foi, então, tratado por alto cisalhamento em uma entrada de energia ao longo de uma faixa de 0-1000 kWh/t de fibra. Os resultados são resumidos na Tabela 1.

TABELA 1.

Amostra	Entrada de energia (kWh/t)	Resistência à ruptura (% de não carregado em 20% de carregamento de carga)	Aprimoramento (% de aumentos em relação à amostra SMD/0)
SMD/0	0	84	-
SMD/5	100	86	2,70
SMD/10	200	88	4,53
SMD/15	300	91	7,86
SMD/20	400	90	6,68
SMD/30	600	89	5,90
SMD/40	800	92	10,06
SMD/60	1000	93	11,00

[00203] ‘SMD/20’, por exemplo, significa o produto de moagem de SMD que é retirado do tratamento por alto cisalhamento em linha em um intervalo de tempo de 20 minutos.

[00204] A resistência à ruptura segue uma tendência crescente quando a entrada de energia específica durante o tratamento por alto cisalhamento aumenta.

[00205] Por exemplo, a resistência à ruptura da amostra tem um aprimoramento tão alto quanto 11 % comparado com a amostra não tratada em 1000 kWh/t de fibra. Em outras palavras, os atributos otimizadores de resistência à ruptura do papel da celulose microfibrilada pós-alto cisalhamento são aprimorados em até 11 %.

Experimento 2 – amostra 'com alto teor de sólidos' de SMD

[00206] O teor de sólidos totais do produto de moagem de SMD decantado é 30 % e o teor de sólidos de fibra é 6 %.

[00207] Antes do tratamento por alto cisalhamento, o bolo com alto teor de sólidos foi reduzido para 8,5 % de sólidos por mistura em água em um tanque de mistura.

[00208] O produto de moagem foi tratado por alto cisalhamento em uma entrada de energia ao longo de uma faixa de 0 a 3000kWh/t de fibra. Os resultados são resumidos na Tabela 2.

TABELA 2.

Amostra	Entrada de energia (kWh/t)	Viscosidade Brookfield @ 1,5% de sólidos de fibra 10 rpm (mPa.s)	d_{50} de fibra Malvern 'S' (µm)	Resistência à ruptura (% de não carregado em 20% de carregamento de carga)	Aprimoramento (% de aumentos em relação à amostra original)
ST/Alto Teor de Sólidos/A	0	4600	122,6	81	-
ST/Alto Teor de Sólidos/B	100	5600	124,9	84	3,7
ST/Alto Teor de Sólidos/C	200	5600	120,6	85	4,9
ST/Alto Teor de Sólidos/D	300	5400	117,0	86	6,2
ST/Alto Teor de Sólidos/E	500	4200	120,9	85	4,9
ST/Alto Teor de Sólidos/F	700	5600	116,5	90	11,1

Amostra	Entrada de energia (kWh/t)	Viscosidade Brookfield @ 1,5% de sólidos de fibra 10 rpm (mPa.s)	d_{50} de fibra Malvern 'S' (µm)	Resistência à ruptura (% de não carregado em 20% de carregamento de carga)	Aprimoramento (% de aumentos em relação à amostra original)
ST/Alto Teor de Sólidos/G	1000	5800	114,4	87	7,4
ST/Alto Teor de Sólidos/H	1250	5200	120,3	90	11,1
ST/Alto Teor de Sólidos/I	1500	5400	112,3	90	11,1

[00209] Novamente, a resistência à ruptura das amostras tratadas por alto cisalhamento aumenta com o aumento de entrada de energia.

Experimento 3 – Amostra de moinho de torre

[00210] O produto de moinho de torre tem um teor de sólidos total de 8 % e o teor de fibra é 1,6 %.

[00211] O produto de moinho de torre foi tratado por alto cisalhamento em uma entrada de energia ao longo de uma faixa de 0 a 2500 kWh/t de fibra. Os resultados são resumidos na Tabela 3.

TABELA 3.

Amostra	Entrada de energia (kWh/t)	Viscosidade Brookfield @ 1,5% de sólido de fibra 10 rpm (mPa.s)	d_{50} de fibra Malvern 'S' (µm)	Resistência à ruptura (% de não carregado em 20% de carregamento de carga)	Aprimoramento (% de aumentos em relação à amostra original)
ST/HKU/A	0	3220	160,3	70	-
ST/HKU/B	250	5000	161,0	71	1,4
ST/HKU/C	500	3640	153,4	72	2,9
ST/HKU/D	800	4000	146,9	75	7,1
ST/HKU/E	1000	3580	151,3	75	7,1
ST/HKU/F	1300	4200	141,9	75	7,1
ST/HKU/G	1600	5200	143,2	74	5,7
ST/HKU/H	2500	5200	140,9	73	4,3

[00212] A resistência à ruptura do papel das amostras tratadas por alto cisalhamento aumenta à medida que a energia de entrada especí-

fica aumenta.

Experimento 4 – Amostra de moinho de torre – maior entrada de energia

[00213] O produto de moinho de torre tem um teor de sólidos total de 8 % e o teor de fibra é 1,6 %.

[00214] O produto de moinho de torre foi tratado por alto cisalhamento em uma entrada de energia ao longo de uma faixa de 0 a 4000 kWh/t de fibra. Os resultados são resumidos na Tabela 4.

TABELA 4.

Amostra	Entrada de energia (kWh/t)	Viscosidade Brookfield @ 1,5% de sólido de fibra 10 rpm (mPa.s)	d_{50} de fibra Malvern 'S (µm)	Resistência à ruptura (% de não carregado em 20% de carregamento de carga)	Aprimoramento (% de aumentos em relação à amostra original)
ST/HKA/A	0	4200	151,0	68	-
ST/HKA/B	1000	4200	129,9	72	5,9
ST/HKA/C	1500	4800	131,1	73	7,4
ST/HKA/D	2000	5800	126,4	74	8,8
ST/HKA/E	2500	6000	124,0	75	10,3
ST/HKA/F	3000	5600	117,6	77	13,2
ST/HKA/G	3500	5800	116,5	78	14,7
ST/HKA/H	4000	5400	118,1	79	16,2

[00215] A resistência à ruptura do papel das amostras tratadas por alto cisalhamento aumenta à medida que a energia de entrada específica aumenta.

Experimento 5 – Amostra de moinho de torre –particulado inorgânico (2)

[00216] O produto de moinho de torre tem um teor de sólidos total de 8 % e o teor de fibra é 1,6 %.

[00217] O produto de moinho de torre foi tratado por alto cisalha-

mento em uma entrada de energia ao longo de uma faixa de 0 a 3250 kWh/t de fibra. Os resultados são resumidos na Tabela 5.

TABELA 5.

Amostra	Entrada de energia em POP real (kWh/t)	Viscosidade Brookfield @ 1,5% de sólido de fibra 10 rpm (mPa.s)	d_{50} de fibra Malvern 'S (µm)	Resistência à ruptura (% de não carregado em 20% de carregamento de carga)	Aprimoramento (% de aumentos em relação à amostra original)
ST/HKQ/A	0	3660	140,9	67	-
ST/HKQ/B	100	3780	124,0	72	7,5
ST/HKQ/C	300	4200	126,1	71	6,0
ST/HKQ/D	500	4200	123,2	72	7,5
ST/HKQ/E	750	3940	117,0	75	11,9
ST/HKQ/F	1000	4800	115,1	76	13,4
ST/HKQ/G	2000	4600	104,1	76	13,4
ST/HKQ/H	3250	5400	102,3	78	16,4

[00218] A resistência à ruptura do papel das amostras tratadas por alto cisalhamento aumenta à medida que a energia de entrada específica aumenta.

Exemplo 6

[00219] Um lote de celulose microfibrilada co-moída e carga de carbonato de cálcio moída foi preparado de acordo com os procedimentos descritos acima (utilizando um SMD). Uma porção do material co-moído foi submetida a tratamento por alto cisalhamento; aproximadamente 100 L de 8 % de sólidos (água foi adicionada se os sólidos fossem >8%) de produto de moagem foram medidos em um tanque de mistura e homogeneamente misturados durante pelo menos 1 minuto. O produto misturado foi, então, passado através de um misturador Silverson em linha, em que a ação de alto cisalhamento ocorreu.

[00220] As propriedades do material co-moído conforme preparado e material tratado por alto cisalhamento são resumidas na Tabela 6.

TABELA 6.

Amostra	% de Sólidos	% de POP	Viscosidade Brookfield em 1,5% de sólido de fibras, mPa.s			
			10 rpm	20 rpm	50 rpm	100 rpm
MFC Co-moído	8,7	20,0	4200	2500	1240	940
MFCp co-moído tratado por alto cisalhamento	8,0	20,0	6200	3500	1760	1140

Fabricação de papel

[00221] Uma blenda de 70%, em peso, de polpa eucalipto e 30% de polpa de celulose branqueada de fibras longas do norte da Europa Botnia RMA 90 foram preparadas em 3 % de sólidos em água utilizando um equipamento hydrapulper em escala piloto e refinadas a uma drenabilidade de 30° SR utilizando um refinador em escala piloto.

[00222] Essa blenda de polpa foi usada para fazer uma bobina contínua de papel utilizando uma máquina Fourdrinier em escala piloto que opera em 12 m min^{-1}. A gramatura alvo do papel era 80 ± 5 gm^{-2}. A água de drenagem de máquina de papel foi recirculada para garantir a retenção total de todos os componentes adicionados.

[00223] As blendas de cada amostra foram feitas com carbonato de cálcio moído adicional (do tipo descrito acima) utilizando um misturador de baixo cisalhamento para fornecer uma faixa de quatro níveis de POP (Porcentagem de Polpa – porcentagem do peso seco de carga, isto é, polpa) a partir de 3, 5, 7 e 9 % para cada carga. Essas foram, então, misturadas com a polpa anteriormente preparada na máquina de papel para fabricar folhas de papel com um carregamento de carga de 30% e uma faixa de valores MFC a partir de 1 a 3% na folha acabada. O papel que compreende uma carga GCC de controle (isto é, o carbonato de cálcio como descrito acima) também foi preparado com um carregamento de carga GCC de 20% sem celulose microfibrilada. Um auxiliar de retenção polimérico catiônico (Percol E622, BASF) foi adicionado em doses de 200 g t^{-1} e 250 g t^{-1}. O papel foi seco utilizando cilindros aquecidos.

Propriedades de papel

[00224] As folhas do papel acabado foram condicionadas em uma atmosfera controlada (23°C e 50% de RH) de um dia para o outro antes do teste para o seguinte:

- Resistência de papel (ruptura, tração MD, rasgo CD, ligação Scott)
- Porosidade (Bendtsen)
- Lisura (Bendtsen)
- Opacidade

[00225] Cada teste foi conduzido de acordo com a metodologia descrita acima.

[00226] Os resultados foram representados para um carregamento mineral de 30% e interpolados com um nível de MFC de 2% na folha. Esses foram comparados com a carga de controle em 20% de carregamento. A Tabela 7 abaixo resume os resultados.

TABELA 7.

Teste	GCC de Controle	MFC Co-moído	MFC co-moído tratado por alto cisalhamento
Índice de ruptura, kPa m^2 g^{-1}	1,07	1,23	1,36
Índice de tração na direção de máquina, Nm g^{-1}	31,1	31,2	33,3
Índice de rasgo na direção transversal, mN m^2 g^{-1}	5,34	5,42	5,88
Resistência à ligação interna (Scott), J m^{-2}	79	129	192
porosidade Bendtsen, cm^3 min^{-1}	3750	1050	800
Lisura Bendtsen, cm^3 min^{-1}	720	555	695
Opacidade, 80 gm^{-2}, %	86,9	88,9	89,1

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a produção de celulose microfibrilada com atributos aprimorados para a produção de um produto de papel, caracterizado pelo fato de que compreende:

(a) processar, em um primeiro local, uma suspensão aquosa de celulose microfibrilada em uma primeira celulose microfibrilada processada, caracterizada por uma inclinação de fibra de 20 a 50 e/ou uma fibra d_{50} de pelo menos 50 µm;

(b) desidratar a primeira celulose microfibrilada processada;

(c) transportar a primeira celulose microfibrilada processada e desidratada; e opcionalmente material particulado inorgânico, para um segundo local; e

(d) processar adicionalmente, no segundo local, a primeira celulose microfibrilada processada e desidratada e material particulado inorgânico opcional, submetendo uma suspensão aquosa que compreende a primeira celulose microfibrilada processada e desidratada e, opcionalmente, material particulado inorgânico a alto cisalhamento, em que o alto cisalhamento é gerado, pelo menos em parte, por um elemento de cisalhamento móvel, para melhorar os atributos da celulose microfibrilada para a produção de papel, e em que o termo "alto cisalhamento" significa uma taxa de cisalhamento de 20.000 s^{-1} a 120.000 s^{-1};

em que os atributos aprimorados de um produto de papel feito da primeira celulose microfibrilada processada, desidratada e processada por alto cisalhamento e, opcionalmente, material particulado inorgânico são selecionados de (i) uma resistência à ruptura melhorada, (ii) um índice de ruptura melhorado, (iii) uma melhor resistência à tração, (iv) uma resistência ao rasgo aprimorada, (v) uma resistência na direção z aprimorada, (vi) uma porosidade reduzida, (vii) uma suavidade aprimorada, (viii) uma opacidade aprimorada, ou qualquer

combinação dos mesmos; e

em que a primeira celulose microfibrilada processada é obtida por um processo que compreende a microfibrilação de um substrato fibroso compreendendo celulose em um ambiente aquoso na presença de um meio de moagem e, opcionalmente, na presença de material particulado inorgânico, selecionado a partir de um carbonato e sulfato de metal alcalino-terroso, uma argila de kandita hidratada, uma argila de kandita anidra (calcinada), talco, mica, perlita, terra diatomácea, hidróxido de magnésio e tri-hidrato de alumínio ou qualquer combinação dos mesmos.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o referido material particulado inorgânico é selecionado a partir de carbonato de cálcio, carbonato de cálcio natural, carbonato de cálcio precipitado, carbonato de magnésio, dolomita, gesso, caulim, haloisita, argila peletizada, metacaulim e caulim totalmente calcinado.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a etapa de desidratação (b) compreende uma ou mais etapas para remoção de água selecionada da gravidade; drenagem assistida a vácuo, com ou sem prensagem; prensagem; evaporação; e filtração, ou por qualquer combinação dessas etapas.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que a primeira celulose microfibrilada processada e desidratada e, opcionalmente, material particulado inorgânico, são combinados com um ou mais aditivos selecionados de floculantes, conservantes e biocidas.

5. Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que o um ou mais aditivos são selecionados de um ou mais floculantes de poliacrilamida modificados cationicamente de alta massa molecular, um ou mais BIT (2-Benzisotiazolina-3-ona), CMIT (5-

cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona), biocidas MIT (metilisotiazolinona), biocida DBNPA, peróxido de hidrogênio, glutaraldeído e THPS (sulfato de tetraquis(hidroximetil)fosfônio) ou qualquer combinação dos mesmos.

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a primeira celulose microfibrilada processada e desidratada e, opcionalmente, o material particulado inorgânico, estão na forma de um produto parcialmente seco ou essencialmente seco.

7. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o teor de água da primeira celulose microfibrilada processada e material particulado inorgânico opcional é reduzido a menos de 80% em volume, menos de 70% em volume, menos de 60% em volume, menos de 50% em volume, menos de 40% em volume, menos de 30% em volume, menos de 20% em volume, menos de 15% em volume, menos de 10% em volume, menos de 5% em volume, menos de 2% em volume, ou menos de 1% em volume, com base no volume total de água na primeira celulose microfibrilada processada e material particulado inorgânico opcional, antes da remoção de água, antes de serem transportados para o segundo local.

8. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o teor de água da primeira celulose microfibrilada processada e, opcionalmente, do material particulado inorgânico, é reduzido para menos de 10% em volume, de preferência reduzido para menos de 5% em volume, mais preferencialmente para menos de 2% em volume, ou mais preferencialmente a menos de 1% em volume, com base no volume total de água na primeira celulose microfibrilada processada e desidratada e, opcionalmente, material particulado inorgânico, antes de serem transportados para o segundo local.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindica-

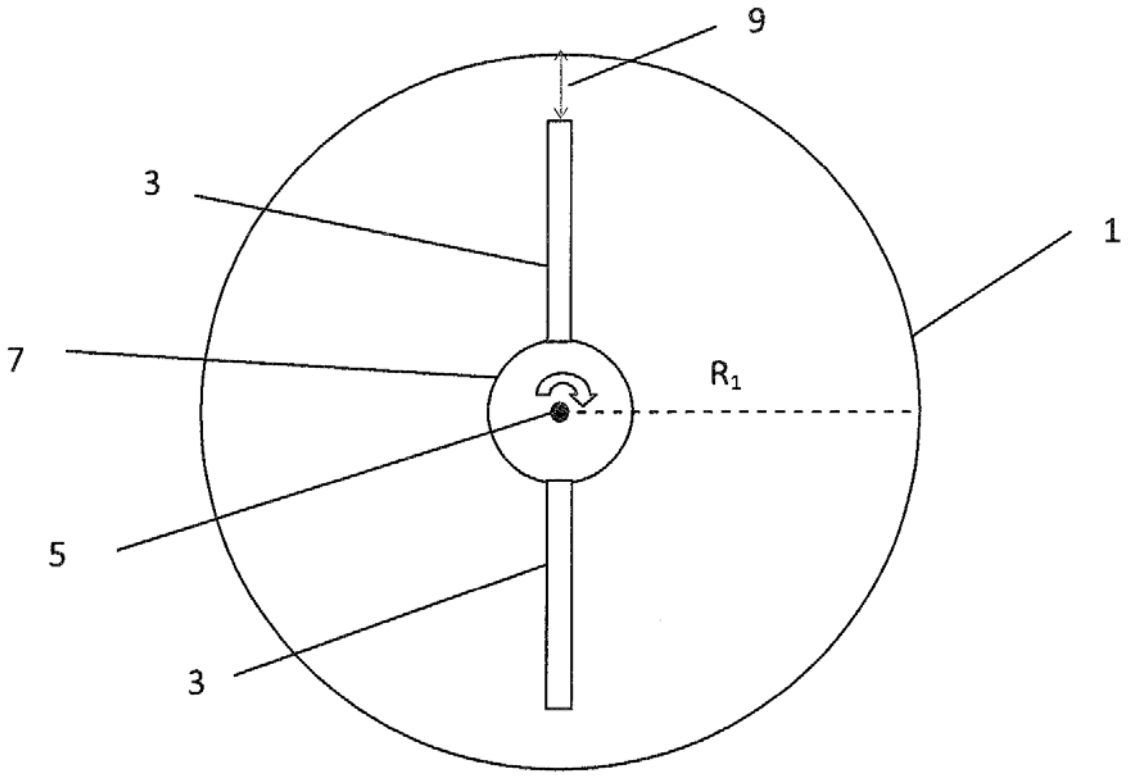
ções 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a primeira celulose microfibrilada processada, desidratada e processada com alto cisalhamento e, opcionalmente, material particulado inorgânico, são incorporados em composições de fabricação de papel ou produtos de papel.

10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que quando o material particulado inorgânico está presente, (i) o material particulado inorgânico é carbonato de cálcio, opcionalmente em que pelo menos 50% em peso % do carbonato de cálcio tem um e.s.d. menor que 2 μm, ou (ii) o material particulado inorgânico é caulim, opcionalmente em que pelo menos 50% em peso % do caulim tem um e.s.d. menor que 2 μm.

11. Processo de acordo com qualquer umas das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que a fibra d_{50} da primeira celulose microfibrilada processada e desidratada é, após alto cisalhamento, reduzida em pelo menos 1%, pelo menos 5%, pelo menos 10% ou pelo menos 50%.

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que a suspensão aquosa compreendendo a primeira celulose microfibrilada processada e desidratada é agitada em um tanque de mistura antes do alto cisalhamento e/ou durante o processo.

FIG. 1



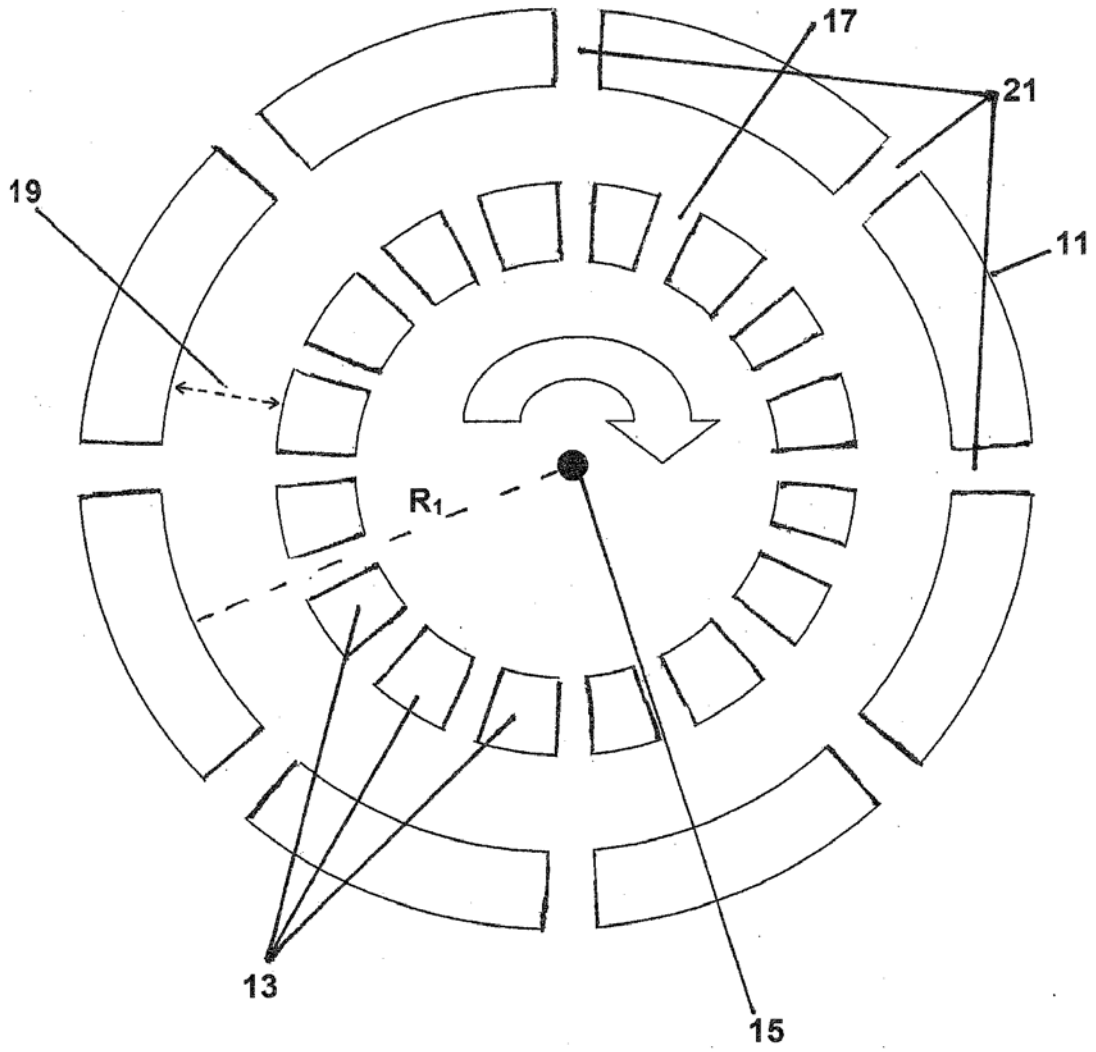


FIG. 2

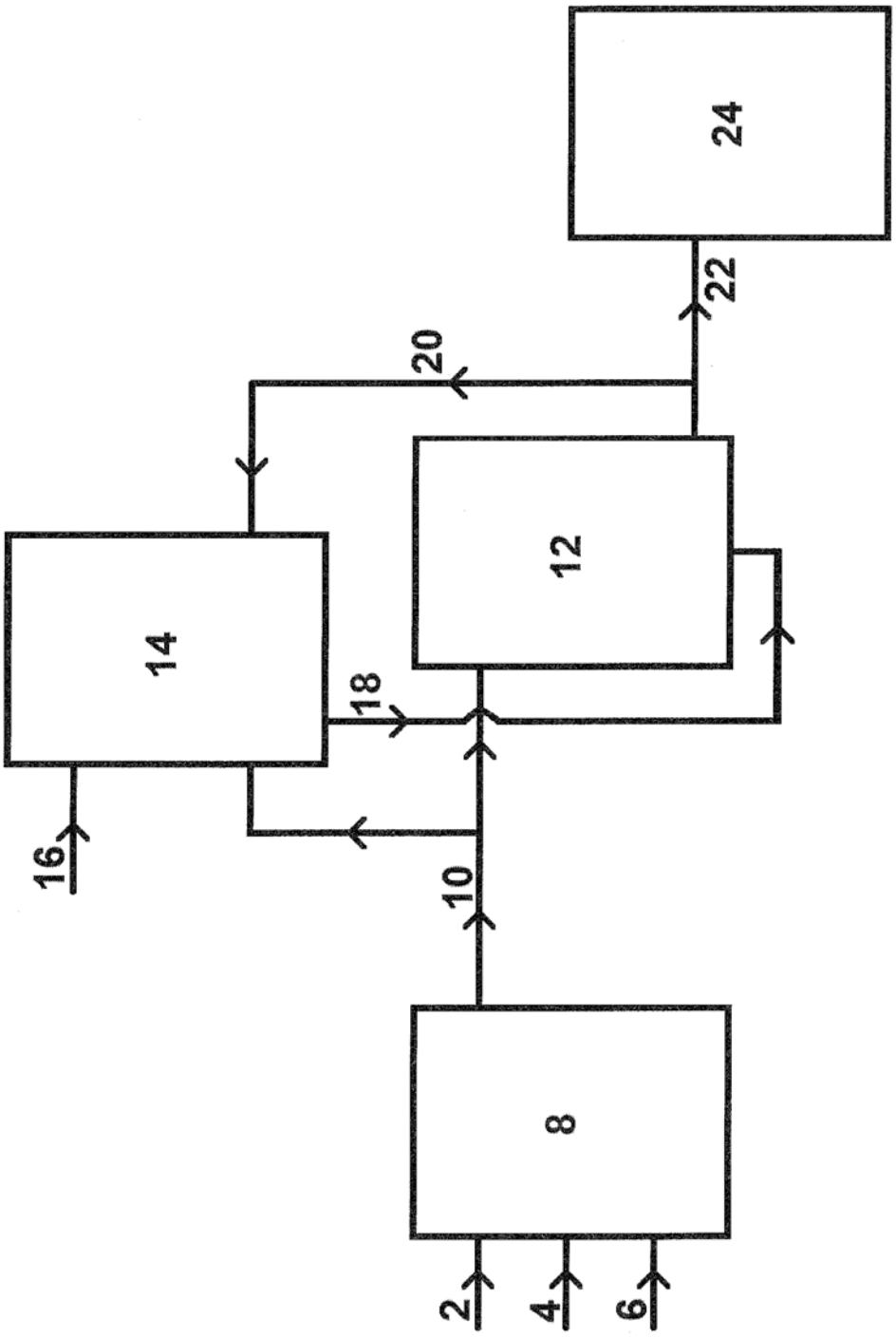


FIG. 3