



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 291 171**

51 Int. Cl.:

C09C 1/02 (2006.01)

C01F 11/18 (2006.01)

B41M 5/00 (2006.01)

D21H 19/38 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **00203834 .7**

86 Fecha de presentación : **14.03.1996**

87 Número de publicación de la solicitud: **1081197**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **07.03.2001**

54 Título: **Papel para impresión por chorro de tinta que incorpora un pigmento molido de carbonato cálcico precipitado.**

30 Prioridad: **17.03.1995 US 407422**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.03.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.03.2008

73 Titular/es: **MINERALS TECHNOLOGIES Inc.**
The Chrysler Building, 405 Lexington Avenue
New York, New York 10174, US

72 Inventor/es: **Donigian, Douglas Ward;**
Resnik, Robert Kenneth y
McFadden, Michael Gregory

74 Agente: **Carpintero López, Francisco**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Papel para impresión por chorro de tinta que incorpora un pigmento molido de carbonato cálcico precipitado.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a pigmentos de carbonato cálcico precipitados molidos para su uso en papeles para impresión por chorro de tinta. Más particularmente, la presente invención se refiere a un papel para impresión por chorro de tinta que incorpora tales pigmentos y, al menos, un aglutinante soluble en agua, para aumentar la calidad de impresión. La invención se refiere también a procedimientos para la aplicación de estos componentes al papel, y a los procedimientos de producción de los pigmentos.

Antecedentes de la invención

El procedimiento de impresión térmica por chorro de tinta aplica una tinta acuosa diluida sobre la superficie de un papel mediante el calentamiento de un pequeño volumen de tinta en una pequeña cámara con un orificio, que está dirigido hacia el papel de impresión. El pequeño volumen de tinta que se calienta, alcanza rápidamente su punto de ebullición, y las burbujas de vapor formadas lanzan una gota muy pequeña de tinta líquida al papel, en la que la gota produce una única mancha puntual en una matriz de manchas puntuales que forman un carácter o imagen sobre la hoja. Este proceso requiere una tinta que tenga un contenido bajo de componentes sólidos y de alto punto de ebullición, de forma que sea capaz de entrar en ebullición rápidamente sin dejar un residuo que pueda contaminar el elemento productor de calor, y obstruir el orificio. Por tanto, hasta el 96% de las tintas para impresora por chorro de tinta consisten en una mezcla de agua y glicoles de bajo peso molecular. Aunque tales tintas hierven rápidamente cuando se calientan para asegurar una impresión rápida, y no tienen tendencia a obstruir, resultan en una tinta aplicada que es muy móvil y lenta de secado. Por tanto, se puede obtener una buena calidad de impresión únicamente si el colorante o pigmento de la tinta permanece sobre o cerca de la superficie exterior del papel y no se extiende o se mueve a partir del punto en el que se ha aplicado.

Es también importante que el secado tenga lugar rápidamente para evitar que el colorante se extienda. En las impresoras que no están equipadas con elementos calentadores, los componentes de agua y glicol de la tinta deben penetrar en el cuerpo del papel para el secado apropiado del colorante sobre la superficie. Si la fase coloreada se transporta al interior del papel con la fase líquida, cuando ésta penetra en el interior del papel, o si el colorante migra a través de la superficie del papel, la calidad de la impresión o imagen resultante será pobre. También, el colorante seco de la tinta, que no se fije permanentemente sobre el papel, manchará o se extenderá si la superficie impresa se humedece o se marca con un rotulador fluorescente. Por tanto, para un funcionamiento óptimo, la tinta seca deberá tener unas propiedades excelentes de resistencia al agua y los rotuladores fluorescentes.

En la mayoría de las aplicaciones, los papeles multiuso de oficina proporcionan una calidad de impresión térmica por chorro de tinta pobre o inadecuada. Esto es particularmente cierto cuando se realiza impresión multicolor con aplicaciones simultáneas de tinta superpuesta. La calidad de impresión pobre se produce en impresoras que aplican los colores en un orden cuando el cabezal de la impresora se mueve hacia la derecha y en el orden opuesto cuando el cabezal de la impresora se mueve hacia la izquierda. Los papeles multiuso de oficina permiten, a menudo, que el colorante penetre en el papel, lo que resulta en una densidad óptica reducida de la imagen impresa, e incrementa que la tinta se transparente en la cara reversa del papel. Los papeles multiuso de oficina que están altamente encolados evitan la penetración del líquido, permitiendo una densidad óptica de la tinta más alta, pero también, se difuminan y se extienden excesivamente.

Un procedimiento para mejorar la calidad de la impresión térmica por chorro de tinta es aplicar un material en la superficie del papel que una el colorante de la tinta a la superficie, pero permitiendo que la fase líquida agua/glicol penetre en el cuerpo del papel, lo que acelera el secado. Sin embargo, el colorante de la tinta, a menudo, es un compuesto orgánico insaturado o aromático, y si el material de la superficie interacciona con demasiada fuerza con el colorante, el color de la tinta puede cambiar. Por tanto, se debe obtener un material de superficie que evite que el colorante de la tinta penetre en el papel, pero que no interaccione tan fuertemente como para afectar al colorante, y provocar un cambio de color.

Oshima *et al.*, Patente de EE.UU. No. 4.478.910, revelan un papel de base que está recubierto con un pigmento de sílice coloidal con un área de superficie específica alta y con un alcohol polivinilo como aglutinante, en el que el área de superficie específica del sílice coloidal es superior a 200 m²/g.

Migamoto, Patente de EE.UU. No. 4.576.867, y Kojima *et al.*, Patente de EE.UU. No. 4.830.911, muestran que la aplicación de un polímero de amonio cuaternario catiónico a la pasta de papel mejorará la resistencia al agua del papel resultante. Malhotra, Patente de EE.UU. No. 5.223.338 revelan también la aplicación de este polímero de amonio cuaternario en una prensa de encolado. Sin embargo, el papel para impresión térmica por chorro de tinta comercial, de alta calidad, se produce aplicando los recubrimientos fuera de la máquina, esto es, el papel no se trata en la prensa de encolado de la máquina que fabrica el papel, sino que debe retirarse y recubrirse en una etapa adicional utilizando un procedimiento de recubrimiento distinto.

Se ha revelado que el carbonato cálcico precipitado ("PCC") es un pigmento o agente de carga útil en el papel para impresión por chorro de tinta, pero se incluye típicamente en un larga lista de compuestos que incluye también carbonato cálcico de tierra natural, una forma del compuesto que difiere en gran medida de PCC en sus propiedades físicas y químicas; por ejemplo las partículas del carbonato cálcico de tierra natural son mayores que las encontradas en PCC, y son aniónicas normalmente, mientras que PCC es de naturaleza catiónica.

Kondo *et al.*, Patente de EE.UU. No. 5.320.897, describen un recubrimiento para papel de impresión para impresión por chorro de tinta, con pigmentos ya disponibles, y un aglutinante soluble en agua. Los pigmentos que se revelan como útiles, tienen una gravedad específica aparente en el intervalo de 0,10 a 0,50 g/cm³, y producen un papel con un ángulo de contacto al agua de 45° a 100°.

Tsukisaka *et al.*, Patente de EE.UU. No. 5.007.964, revelan un procedimiento genérico de precipitación, que incorpora un agente quelante, para obtener una aglomeración porosa de partículas de PCC, similar a una cadena, con un área de superficie específica BET en el intervalo de 25 a 55 m²/g, para su uso en un papel de impresión. Se ha revelado que las partículas con un área de superficie específica BET superior a 55 m²/g, no son deseables debido a que tienen una alta densidad, no son porosas y presentan una baja capacidad para absorber aceite y agua. Adicionalmente, se ha revelado que PCC se pueden usar como una pasta, o como un polvo obtenido por pulverización de la pasta seca, lo que, según se ha revelado, no afecta a la aglomeración de las partículas.

Kunesh *et al.*, Patente de EE.UU. No. 5.215.734, revelan un proceso de envejecimiento acelerado por el calor de PCC que produce cristales con área de superficie específica de aproximadamente 3 a aproximadamente 15 m²/g y un tamaño de partícula discreta de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 0,9 μm. El PCC se usa par mejorar las propiedades ópticas del papel.

A la vista de lo expuesto anteriormente, no existe ninguna evidencia en la técnica anterior que sugiera como mejorar la calidad de impresión del papel para impresión por chorro de tinta. La presente invención proporciona una de tales soluciones a este problema.

Resumen de la invención

La presente invención se refiere a un papel para impresión por chorro de tinta con propiedades mejoradas que incorpora pigmentos de carbonado cálcico precipitado molido y un aglutinante.

El papel para impresión por chorro de tinta de la presente invención se produce por recubrimiento de, al menos, una de las caras de un papel de base con un recubrimiento, que comprende PCC molido y un aglutinante, para formar el papel para impresión por chorro de tinta. El carbonato cálcico precipitado molido se fabrica por carbonatación de una suspensión de carbonato cálcico. Opcionalmente, el PCC se puede envejecer por calor en presencia de un compuesto organofosfonato, y molerse para producir partículas discretas de PCC con una morfología y química de superficie que aumentan la capacidad del PCC para unirse al colorante de la tinta de la impresora por chorro de tinta.

Descripción detallada de la invención

Se ha obtenido un papel para impresión por chorro de tinta que proporciona una calidad de impresión por chorro de tinta en color que se aproxima o sobrepasa a la del mejor papel especializado para impresión por chorro de tinta, a un precio reducido en gran medida. La selección del tamaño de partícula, del área de superficie, de la química de superficie y del grado de agregación del PCC, y su combinación con un aglutinante de formulación apropiada, permite que cada característica de la impresión térmica por chorro de tinta, se ajusten y optimicen individualmente.

El PCC catiónico de la presente invención, une colorantes de tinta sin el uso de resinas catiónicas caras, y se puede fabricar en el lugar en el que se fabrica el papel, de forma que, a diferencia del sílice, no son necesarias las etapas de secado, envío y posterior rehidratación antes de su uso. Las formulaciones presentes están diseñadas para su aplicación en una prensa dosificadora de encolado, tal como las instaladas en máquinas de papel grandes, de bajo coste por unidad. Por tanto, las composiciones PCC de la presente invención se pueden aplicar como parte de la operación de fabricación del papel, en lugar de realizar una etapa adicional, separada, después de completadas las operación normales de fabricación de papel, lo que incrementa el coste del procedimiento y del producto acabado. Como una aplicación de prensa dosificadora de encolado, se realiza típicamente por las dos caras, de forma que las dos caras de un papel recubierto en esta prensa está disponible para su impresión, en lugar del recubrimiento en una única cara encontrado en papeles comerciales caros de alta calidad. Aunque el alcohol polivinílico es un aglutinante preferido en la presente invención, el tratamiento de un papel para impresión a chorro de tinta con PCC molido proporciona una mejora significativa en la calidad de impresión con aglutinantes de bajo coste. Finalmente, las formulaciones presentes proporcionan un papel que también es adecuado para fotocopiado, lo que permite múltiples usos del papel.

El PCC se produce normalmente burbujeando un gas que contiene dióxido de carbono a través de una suspensión de hidróxido cálcico. Otros materiales inorgánicos, en particular, los materiales inorgánicos que contienen aluminio, tales como alúmina, se pueden coprecipitar con el PCC, o se pueden precipitar sobre la superficie del PCC precipitado. Sin embargo, se ha descubierto, inesperadamente, que cuando este PCC se muele, se trata con un aglutinante apropiado, y posteriormente se usa en una composición para el tratamiento de papel para impresión térmica por chorro de tinta, se obtienen un papel para impresión térmica por chorro de tinta de alta calidad, que proporciona una calidad de

impresión que se compara favorablemente con la de papeles para impresión térmica por chorro de tinta recubiertos con sílice comerciales, de alto coste, pero a un coste reducido en gran medida.

Los procedimientos de molido generan partículas discretas de PCC con una morfología y una química de superficie que aumentan la calidad del PCC para unirse al colorante de la tinta de impresión por chorro de tinta, sin unirse tan fuertemente como para cambiar el color de la tinta. Se han generado papeles para impresión por chorro de tinta que incorporan el PCC y los aglutinantes de la presente invención, que son superiores a los papeles multiuso de oficina, en cuanto a que la tinta se difumina, se esparce y penetra o se transparenta en la cara reversa del papel de forma reducida, así como tiene una densidad óptica, un tiempo de secado y una resistencia al agua aumentadas.

Los PCC de la presente invención se producen mediante el procedimiento de precipitación convencional de introducir un gas que contiene dióxido de carbono en una suspensión de hidróxido cálcico. Posteriormente, el precipitado de carbonato cálcico, opcionalmente se envejece por calor y se muele antes de su uso. La calidad de impresión de un papel para impresión por chorro de tinta que incorpora dicho PCC, se controla mediante el estado de agregación de las partículas y la química de superficie del pigmento y del aglutinante. La naturaleza química de la superficie del pigmento se controla mediante la ruta sintética específica y el tratamiento posterior a la síntesis del pigmento.

Un PCC particularmente útil en la presente invención se prepara por un procedimiento que comprende la introducción de dióxido de carbono en una suspensión acuosa de hidróxido cálcico a una temperatura de aproximadamente 7°C a aproximadamente 18°C. La suspensión contiene de aproximadamente el 0,02 al 1 por ciento en peso, en base al equivalente de carbonato cálcico del hidróxido cálcico en la suspensión de reacción, de un polielectrolito organopolifosfonato aniónico (típicamente, Briquest 221-50A, etanolamina bis-(ácido metileno-fosfónico), Albright & Wilson Americas, Inc., Richmond, VA) y del 0 al 10% de sulfato de aluminio octadecahidrato ($\text{Al}_2\text{SO}_4 \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$). La introducción de dióxido de carbono se continúa hasta que se completa sustancialmente la precipitación del carbonato cálcico. Esto ocurre, típicamente, cuando la conductividad de la suspensión de carbonato alcanza un mínimo a pH de aproximadamente 10 a 11.

El proceso hasta este punto es esencialmente como el descrito en la Patente de EE.UU. No. 4.367.207, excepto por la adición de sulfato de aluminio octadecahidrato. La adición de sulfato de aluminio octadecahidrato se revela en la Patente de EE.UU. No. 4.892.590.

Una vez que se ha obtenido un PCC con el tamaño de partícula y área de superficie deseadas, el PCC se muele para obtener las características del PCC requeridas para una alta calidad y un bajo coste del papel para impresión por chorro de tinta.

El molido rompe los agregados de pigmento en partículas individuales, que exponen las superficies del PCC que estaban unidas y que son químicamente diferentes de la superficie del agregado. El molido se realiza típicamente sobre un PCC con una morfología escalenoédrica, acicular, prismática o romboédrica. El envejecimiento por calor se realiza normalmente sobre un PCC romboédrico o prismático, y no sólo separa los agregados, sino que también implica una precipitación adicional sobre la superficie de la partícula. Se piensa que el material nuevo precipitado podría ser químicamente diferente del material de la superficie original; por ejemplo, la superficie de un PCC molido podría tener una relación calcio-magnesio más alta.

El envejecimiento por calor convencional, también conocido como maduración de Ostwald, es un procedimiento en el que los cristales, tales como los de carbonato cálcico, inicialmente a un estado de energía interna más alto, y que tienen unas solubilidades de, relativamente, alta fase, sufren una transformación de fase por disolución y re-deposición sobre los cristales a un estado de energía interna más bajo. El procedimiento resulta en un producto final de cristal caracterizado por una perfección mayor de la estructura del reticulado cristalino, una distribución de tamaño de partícula más estrecha, un grado de separación de partícula mayor y una energía de superficie menor.

En la presente invención, el envejecimiento por calor del PCC comienza por terminación de la reacción del dióxido de carbono y el hidróxido cálcico cuando la conductividad de la suspensión alcanza un mínimo, que es típicamente a un pH de aproximadamente 10-11. El PCC se analiza posteriormente para eliminar impurezas, y se añade hasta aproximadamente el 1 por ciento en peso de un organofosfonato, en base al peso del PCC, para controlar la extensión o el grado de envejecimiento por calor. Otros agentes químicos que son activos en superficie, con respecto al carbonato cálcico, servirán también, al igual que los organofosfonatos, para controlar la extensión o el grado de envejecimiento por calor. Tales agentes incluyen, pero no se limitan a los siguientes, polifosfatos de sodio, silicatos de sodio, poli-acrilatos de sodio, varios ácidos carboxílicos, tales como los ácidos mono, di, tri y policarboxílicos, y sus sales, varios polisacáridos, y varias gomas con funcionalidades ácido carboxílico repetidas. La suspensión se calienta posteriormente a una temperatura de, al menos, aproximadamente 75°C, y preferentemente aproximadamente 80°C, o más alta para envejecer por calor las partículas de PCC. La etapa de envejecimiento por calor se realiza en un periodo de hasta aproximadamente 10 horas o más, dependiendo de la temperatura. A temperaturas de aproximadamente 80 a 85°C, el calentamiento se lleva a cabo durante aproximadamente 2 a 5 horas. El pH de la suspensión aumenta a aproximadamente 10,5 debido a la presencia de hidróxido cálcico que no ha reaccionado. La reacción de envejecimiento se registra posteriormente midiendo el área de superficie del PCC a intervalos de una hora. El PCC envejecido por el calor que se recupera como producto final del proceso tiene una morfología romboédrica o prismática y un área de superficie específica de aproximadamente 60 a aproximadamente 100 m²/g, preferentemente de aproximadamente 65 a aproximadamente 95 m²/g, y más preferentemente de aproximadamente 80 a 90 m²/g.

Los organofosfonatos empleados en la presente invención son organopolifosfonatos de pesos moleculares variables utilizados comúnmente como inhibidores de incrustación, secuestradores, defloculantes, y promotores de detergente. Tales organofosfonatos incluyen, pero no se limitan a, nitrilo tris (ácido metileno fosfónico), etilendiaminotetra (ácido metileno fosfónico), dietilentriaminopenta (ácido metileno fosfónico), hidroxietano-1, ácido 1-difosfónico, etanolamina, etanolamina bis-(ácido metileno fosfónico), ácido N,N-dimetilnofosfónico y hexametildiaminotetra (ácido metileno fosfónico). El organofosfonato preferido es etanolamina bis- (ácido metileno fosfónico).

El molido del carbonato cálcico se puede llevar a cabo bien en un procedimiento de molido húmedo o bien en uno seco, por ejemplo, un molino convencional de bola, un molino de chorro, un micro molino o un molino de medios. El molido preferido se lleva a cabo introduciendo una suspensión acuosa de PCC en un molino de medios que contiene un medio de vidrio de un tamaño de aproximadamente 0,7 a 0,9 mm. El molino de medios está equipado con agitación mecánica, y el porcentaje en peso de sólidos de la suspensión de PCC preferido es aproximadamente del 10 al 30 por ciento, en base al peso total del PCC y el agua. Típicamente, cuando se realiza un molido de PCC con morfología escalenoédrica por un molino de medios, se produce un PCC con un área de superficie específica de aproximadamente 10 a aproximadamente 40 m²/g, preferentemente de aproximadamente 15 a aproximadamente 30 m²/g, y una forma de cristal menos elongada.

Los ejemplos de aglutinantes útiles para las composiciones de recubrimiento de papel para impresión por chorro de tinta son aquellos utilizados convencionalmente en la técnica hasta el momento, e incluyen alcohol polivinílico ("PVOH") y derivados del mismo, féculas oxidadas, fécula esterificada, fécula esterificada, dextrina y féculas similares, carboximetilcelulosa, hidroxietilcelulosa y derivados similares de celulosa, caseína, gelatina, proteína de soja, resina de anhídrido maleico, retículos del copolímero de estirenobutadieno habitual, copolímero de metil metacrilato-butadieno y polímeros o copolímeros de dieno conjugado similares, y retículos de polímeros o copolímeros de acrilato y metacrilato y polímeros acrílicos similares, y látex. Cuando se requiera, se pueden incorporar adicionalmente a las composiciones de recubrimiento, en la cantidad utilizada convencionalmente en la técnica, otros compuestos convencionales como dispersantes de pigmentos, agentes de pegajosidad, modificadores de la fluidez, agentes antiespumantes, inhibidores de la formación de espuma, agentes liberadores, agentes colorantes, y similares.

Se han preparado y analizado los papeles para impresión por chorro de tinta que incorporan las formulaciones PCC de la presente invención. A continuación se expone un resumen de los procedimientos y métodos de análisis utilizados. Una vez que se ha producido un PCC, el procedimiento de análisis completo se puede clasificar en cuatro áreas: preparación del pigmento, formulación con un aglutinante, recubrimiento del papel y procesamiento, y análisis. Los detalles específicos para cada uno de estos procedimientos se exponen a continuación.

Preparación del pigmento

Los pigmentos que se van a analizar están típicamente en la forma de una suspensión o de una torta de filtración. Las muestras en la forma de una suspensión se concentran hasta obtener el contenido en sólidos deseado, mediante filtración por vacío. En algunos ejemplos, tales como con un PCC molido en un molino de medios, con un área de superficie específica de aproximadamente 10 a 35 m²/g, la suspensión de sólidos no se altera adicionalmente con el fin de duplicar las condiciones de ensayo. Una vez que se ha establecido la formulación de sólidos diana, se diluye el pigmento, si es necesario, con agua y se mezcla exhaustivamente. El pigmento se caracteriza por la distribución del tamaño de partícula (Sedigraph 5100), el área de superficie específica (Flowsorb), la viscosidad (Brookfield) y la morfología por microscopía electrónica de barrido ("SEM").

El área de superficie del producto se obtuvo utilizando un Micromeritics Flowsorb II 2300, que emplea la teoría BET con nitrógeno como gas de absorción. El tamaño de partícula se determinó por una técnica de sedimentación utilizando un Micromeritics Sedigraph Model 5100 sobre una dispersión acuosa del producto de aproximadamente el 3 por ciento y utilizando aproximadamente el 0,1 por ciento de un polielectrolito carboxilado (Daxad 30) como dispersante.

Formulación

Los aglutinantes típicos son féculas catiónicas (Filmcote-54[®], National Starch), alcohol polivinílico o PVOH (Airvol 107[®], Air Products Inc.), y látex (Dow experimental size press latex). Cuando se utiliza una fécula como aglutinante, la fécula seca se dispersa en agua a aproximadamente 10-25 por ciento de sólidos, y posteriormente se cuece en un cocedor automático de laboratorio a aproximadamente 195°C durante 50-190 minutos. La suspensión de fécula viscosa resultante se combina con el pigmento, que se ha preparado apropiadamente para alcanzar la formulación diana de sólidos, y se mezcla exhaustivamente en un molino Premier con una pala propulsora abierta tipo Cowles. La formulación se mezcla durante aproximadamente 5 minutos hasta que se obtiene una suspensión completamente homogénea, y la formulación resultante se caracteriza mediante la viscosidad de Brookfield (10, 20, 50 y 100 rpm) y el contenido de sólidos.

El alcohol polivinílico se prepara de una manera similar a la utilizada para la fécula. El PVOH se hidrata a aproximadamente 200°C en un cocedor de laboratorio durante 50-190 minutos hasta un contenido del 10 por ciento de sólidos. Para el aglutinante de látex (50 por ciento de sólidos) no se necesita ninguna preparación antes del análisis. La formulación de estos aglutinantes con el pigmento es la misma que en el caso de la fécula.

ES 2 291 171 T3

La formulación de sólidos para los análisis están en el intervalo de aproximadamente 20-28 por ciento, con una formulación de recubrimiento típica que tiene aproximadamente el 20 por ciento de sólidos.

Recubrimiento del papel

Generalmente, en estos análisis se utiliza una base de pasta de papel sin encolar con un gramaje de 81,3-83,0 g/m². El papel se corta en hojas de 30,48 x 43,18 cm (12 x 17") y se sujeta en un CSD Drawdown Apparatus, que consiste en una placa de vidrio (30,48 x 43,18 cm) (12 x 17") montada en una base de metal con un muelle de ajuste. Se aplicó una formulación de recubrimiento con una barra descendente CSD mediante la colocación de la barra elegida, que depende del peso de recubrimiento deseado, en la parte superior del papel, añadiendo una muestra de 10-15 ml de formulación mezclada exhaustivamente, con un jeringa de 30 ml, en una línea uniforme a través de la parte superior del papel, bajo la barra, y recubriendo el papel al tirar de la barra descendente, desde la parte superior a la inferior, utilizando una presión ligera y una tasa constante y estable, durante 2 segundos aproximadamente.

El peso del recubrimiento se determina mediante las barras descendentes de acero inoxidable, que están acanaladas específicamente para liberar un volumen de recubrimiento predeterminado sobre la superficie del papel. Las barras con menos canales liberan una capa con un peso mayor, debido a que los espacios entre los canales más anchos. Por el contrario, las barras con un número mayor de canales espaciados más estrechamente, producen unos recubrimientos con pesos más ligeros. Típicamente los pesos de los recubrimientos son aproximadamente de 2 a 10 g/m².

Una vez que se ha aplicado una formulación, el papel se seca inmediatamente con una pistola de calor manual, durante aproximadamente 30-60 segundos, y posteriormente se seca completamente a temperatura ambiente durante un periodo de aproximadamente 2-24 horas. Los papeles secados se cortan, posteriormente, en hojas de 21,59 x 27,94 cm (8 1/2 x 11"), para su análisis.

Ensayo del papel

Hewlett Packard Corporation ("HP") ha establecido las especificaciones de calidad mínima para la impresión por chorro de tinta. Por tanto, la mayoría de los análisis utilizan procedimientos de HP para determinar las siguientes características de impresión.

La densidad óptica es una medida de la densidad de reflexión de una imagen. Un patrón de análisis específico se imprime sobre el papel, y se miden las densidades ópticas del negro puro, negro compuesto, ciano, magenta y amarillo, utilizando un densitómetro de reflexión (Macbeth RD918). Las densidades ópticas resultantes se comparan con las especificaciones HP mínimas.

La extensión y la difuminación de la tinta pueden decrecer la calidad de la impresión por chorro de tinta. La extensión de la tinta se define como el crecimiento o ensanchamiento de las áreas impresas. La difuminación es la absorción de la tinta por un efecto de mecha, que resulta en imágenes difusas. Esto se mide mediante el análisis de una porción específica del mismo patrón impreso utilizado para las medidas de densidad óptica. La porción específica se evalúa por área de tinta para la extensión y por perímetro de tinta para la difuminación. El patrón digitalizado resultante se cuantifica y se compara con un papel para impresión por chorro de tinta comercial de alta calidad. No se utiliza el procedimiento de análisis de HP para determinar la extensión y la difuminación de la tinta en estos análisis, debido a que el análisis de HP es subjetivo en lugar de cuantitativo.

El tiempo de secado de la tinta es una medida de la tasa de absorción de tinta en el interior de una hoja de papel. Se imprime un patrón específico, la imagen se absorbe con un material absorbente, y se mide la densidad óptica resultante de la tinta negra transferida. Los resultados se ajustan a un modelo de decaimiento exponencial de HP, y se calcula el tiempo de secado de la tinta. Los tiempos de secado finales se comparan con un criterio mínimo establecido por HP.

La resistencia al agua es una medida de la cantidad de colorante transferido desde un área impresa a un área no impresa después de aplicar agua. El patrón del análisis de resistencia al agua se imprime sobre el papel, se aplican 250 µl de agua a través de la impresión, y se permite que se extiendan sobre el área impresa y sobre el área no impresa adyacente. Se mide la densidad óptica de la tinta negra transferida sobre las áreas no impresas. Las densidades ópticas resultantes se comparan con los patrones HP.

La resistencia a la extensión de los rotuladores fluorescentes es una medida de la transferencia de colorante de un área impresa a un área no impresa, cuando éstas entran en contacto con dos tipos de rotuladores fluorescentes. El patrón de análisis específico se imprime sobre el papel y, utilizando un rotulador fluorescente alcalino y un rotulador fluorescente ácido, se traza una línea perpendicular a través del área de análisis. La densidad óptica de la tinta negra transferida sobre las áreas no impresas, se mide y se compara con el criterio mínimo de HP.

La evaluación de color se realiza con un sistema CIELAB, que utiliza un colorímetro Elrephro Datacolor 2000 para determinar los valores L*, a* y b* para puntuar la apariencia de color: cian, amarillo verdoso, azul, magenta y rojo, de las áreas impresas. Los resultados se comparan con los diagramas para la calidad de color de HP.

La adhesión del toner es un análisis xerográfico que no es de impresión por chorro de tinta, que mide el grado de adhesión del toner al recubrimiento. La adhesión del toner es esencial para el uso como un papel comercial común,

ES 2 291 171 T3

que a menudo se utilizará como papel de copiadora. Aquí, se copia un patrón de análisis en un papel utilizando una copiadora Xerox, las áreas de análisis se pliegan con un rodillo de 5 libras, y los patrones de pérdida de toner resultantes se comparan con unos patrones establecidos. El grado de pérdida de toner se califica de 1, para el mejor o que no tiene pérdida de toner, a 10, para el peor o que tiene una pérdida importante de toner.

En el análisis de brillantez, el papel recubierto se analiza para determinar la brillantez TAPPI utilizando un medidor de brillantez Technidyne S-4. Los resultados se comparan con la base de pasta de papel no recubierta.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos, no limitantes son meramente ilustrativos de las formas de realización preferidas de la presente invención, y no se deben interpretar como limitantes de la invención, el ámbito de la cual se define en las reivindicaciones acompañantes.

Ejemplo 1

Una suspensión de carbonato cálcico, con un volumen de 0,6 l y una concentración de sólidos del 20,2 por ciento en peso, en base al peso total del carbonato cálcico y el agua, en la que el carbonato cálcico era un PCC escalenoédrico con un área de superficie de 11,57 m²/g y un tamaño medio de partícula de 1,35 μm, se colocó en un molino de medios de acero inoxidable de 1,5 l que contenía 1,7 kg de bolas de vidrio de 0,7 a 0,9 mm. El molino de medios estaba equipado con agitación mecánica de velocidad variable. La suspensión se molió durante 10 minutos con una velocidad de agitación de 2450 rpm. El producto molido tenía un área de superficie específica de 15,59 m²/g y un tamaño medio de partícula de 0,35 micrómetros.

Ejemplo 2

Una suspensión de carbonato cálcico, que tenía un volumen de 0,6 l y una concentración de sólidos del 18,7 por ciento en peso, en base al peso total de carbonato cálcico y agua, en la que el carbonato cálcico era un PCC escalenoédrico con un área de superficie de 26,07 m²/g y un tamaño medio de partícula de 0,88 μm, se colocó en un molino de medios de acero inoxidable de 1,5 l, equipado con agitación de velocidad variable y 1,7 kg de bolas de vidrio de 0,7 a 0,9 mm. La suspensión se molió durante 10 minutos utilizando una velocidad de agitación de 2450 rpm. El producto PCC molido tenía un área de superficie específica de 30,11 m²/g y un tamaño medio de partícula de 0,26 μm.

Los PCC, molidos mediante molinos de medios, de los Ejemplos 1 y 2, se formularon con un aglutinante apropiado, y se recubrieron hojas de papel para análisis con 6 g/m² de la formulación, de la forma descrita anteriormente. Después del secado, las hojas manuales de papel se analizaron para la densidad óptica del negro real, la densidad óptica compuesta, la extensión, la penetración, el tiempo de secado y la solubilidad en agua. Los resultados de estos análisis se muestran en la Tabla 1

TABLA 1

No. de Ejemplo	1	2
Aglutinante	Almidón	Almidón
Porcentaje en peso de aglutinante	30	30
Densidad óptica del negro compuesto	1,02	1,03
Densidad óptica de negro real	1,53	1,4
Extensión	101	103,5
Penetración	19,1	23,3
Tiempo de secado	104	50
Solubilidad en agua	0,45	0,32

Estos resultados demuestran una mejora significativa cuando se compara con un papel comercial no recubierto típico, que generalmente comprende una densidad óptica del negro compuesto de aproximadamente 0,9, una densidad óptica del negro real de aproximadamente 1,28, una extensión de aproximadamente 108, un porcentaje de penetración de aproximadamente 38, un tiempo de secado de aproximadamente 38, y una solubilidad al agua de aproximadamente 0,17. Por comparación, el mejor papel recubierto comercial de alto coste tiene una densidad óptica del negro compuesto de aproximadamente 1,2, una densidad óptica del negro real de aproximadamente de 1,56, una extensión de aproximadamente 98, un porcentaje de penetración de aproximadamente 28, un tiempo de secado de aproximadamen-

ES 2 291 171 T3

te 12, y una solubilidad al agua de cercana a 0. Por tanto, el papel para impresión por chorro de tinta, producido según la presente invención, es comparable, en calidad de impresión por chorro de tinta, al mejor papel comercial de alto coste disponible ahora.

- 5 Mientras es aparente que la invención revelada en esta descripción está bien calculada para satisfacer los objetivos establecidos anteriormente, se apreciará que los expertos en el tema podrían diseñar numerosas modificaciones y formas de realización. Se pretende que las reivindicaciones acompañantes cubran todas las modificaciones y formas de realización que puedan incluirse en el alcance de la presente invención.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para fabricar papel para impresión por chorro de tinta que comprende:

- a. un pigmento de carbonato cálcico precipitado molido para producir partículas que tienen una morfología de superficie y una composición química que aumenta la capacidad de las partículas para unirse a la tinta;
- b. recubrimiento de, al menos, una de las caras de un papel de base con un recubrimiento, que comprende dichas partículas de pigmento de carbonato cálcico precipitado molido y un aglutinante, para formar el papel para impresión por chorro de tinta.

2. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que las partículas se muelen para tener un área de superficie específica BET de 10 a 40 m²/g.

3. El procedimiento de la Reivindicación 2, en el que las partículas se muelen para tener un área de superficie específica BET de 15 a 30 m²/g.

4. El procedimiento de cualquiera de las Reivindicaciones precedentes, en el que el carbonato cálcico precipitado tiene un morfología escalenoédrica, acicular, prismática o romboédrica.

5. Un papel para impresión por chorro de tinta que comprende un papel de base, que tiene sobre el mismo un recubrimiento que comprende un pigmento de carbonato cálcico precipitado molido y un aglutinante.

6. El papel para impresión por chorro de tinta de la Reivindicación 5, en el que el pigmento de carbonato cálcico precipitado molido tiene un área de superficie específica BET de, al menos, 15 m²/g.

7. El papel para impresión por chorro de tinta de la Reivindicación 5 o de la Reivindicación 6, en el que el aglutinante es un alcohol polivinílico o un almidón.