



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 287 038**

51 Int. Cl.:
D21H 19/60 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **00976917 .5**

86 Fecha de presentación : **03.11.2000**

87 Número de publicación de la solicitud: **1226307**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **31.07.2002**

54 Título: **Aglutinante de alcohol polivinílico para pigmento de carbonato de calcio.**

30 Prioridad: **05.11.1999 US 435177**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.12.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.12.2007

73 Titular/es: **Celanese International Corporation
1601 West LBJ Freeway
Dallas, Texas 75234, US**

72 Inventor/es: **Boylan, John, Richard**

74 Agente: **Carpintero López, Francisco**

ES 2 287 038 T3

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

DESCRIPCIÓN

Aglutinante de alcohol polivinílico para pigmento de carbonato de calcio.

5 **Antecedentes de la invención**

Las composiciones de recubrimiento de papel se utilizan en la industria del papel para dotar de la fuerza y de las propiedades cosméticas deseadas al papel terminado. La composición de recubrimiento es típicamente una dispersión acuosa que consiste principalmente en pigmentos minerales, tales como arcilla, carbonato cálcico, sílice, dióxido de titanio y pigmentos aglutinantes, tales como fécula y emulsiones poliméricas sintéticas. Las composiciones de recubrimiento pueden contener también bajos niveles de aditivos, tales como espesantes, humectantes y lubricantes.

Las composiciones de recubrimiento se aplican usualmente a una red continua de material celulósico, tal como el papel, mediante máquinas de recubrimiento de alta velocidad, tales como recubridores de hoja, recubridores de cuchilla de aire, recubridores de biela, recubridores de rodillos. Existen tendencias de utilización de recubridores más rápidos para incrementar la productividad y de utilización composiciones de recubrimiento con mayor contenido de partículas sólidas para disminuir los costes de secado y mejorar la distribución del aglutinante, lo que aumenta la calidad del papel.

Se ha mostrado que los recubrimientos que contienen pigmentos de tamaño fino de partícula, tales como el carbonato de calcio, son particularmente útiles para mejorar las propiedades del papel para impresión por chorro de tinta. Los documentos U.S. 5.643.631 (Donigian *et al.*, 1997) y U.S. 5.783.038 (Donigian *et al.*, 1998) revelan un papel para impresión térmica por chorro de tinta, que incorpora un carbonato cálcico precipitado envejecido por calor y un aglutinante, tal como alcohol polivinílico, féculas y carboximetil celulosa. El tratamiento del papel con una composición de recubrimiento de una suspensión de carbonato cálcico, de tamaño fino de partícula, en un alcohol polivinílico o en una solución de fécula resulta en una densidad óptica mejorada de la impresión por chorro de tinta. Un ejemplo de un aglutinante alcohol polivinílico apropiado es el alcohol polivinílico Airvol® 107 que está hidrolizado en su 98 a 98,8%. Los aglutinantes se “cocinan” para obtener una solución antes de su adición a la suspensión del pigmento.

El uso de alcohol polivinílico y sus derivados como aglutinantes en sistemas de recubrimiento para impresión por chorro de tinta son muy conocidos en la técnica. Por ejemplo, un artículo de C.A. Finch en Polyvinyl Alcohol - Developments. Wiley, 1992, páginas 555-556, describe el uso de alcohol polivinílico como aglutinante para papel para impresión por chorro de tinta. Se ha descrito que el alcohol polivinílico, hidrolizado en su 98-99% y con una viscosidad del 4% de 25-31 cP (Poval-PVA-117), es utilizado generalmente.

En un artículo en “Tappi Journal, Vol. 80, No.1, January 1997, pp. 68-70” de John Boylan, titulado “Using Polyvinyl Alcohol in Ink-Jet Printing Paper”, se describe el uso de varios grados de alcohol polivinílico para el recubrimiento de papel. Se aprecia que los grados parcialmente hidrolizados de alcohol polivinílico, proporcionan la mejor capacidad de impresión, en términos de densidad óptica de tinta y de tiempo de secado, cuando se utilizan con pigmentos de sílice en recubrimientos de papel. Sin embargo, la viscosidad final de los recubrimientos de alcohol polivinílico/sílice aumenta de forma escarpada con pequeños incrementos en el contenido de partículas sólidas. Debido al incremento de viscosidad, el contenido máximo de partículas sólidas es aproximadamente del 25 al 30%, dependiendo del grado del alcohol polivinílico. Los grados parcialmente hidrolizados de bajo/medio peso molecular permiten el nivel más alto de partículas sólidas de recubrimiento.

Existen muchas patentes acerca del uso de alcohol polivinílico como un pigmento aglutinante para recubrimientos de papel. Por ejemplo:

el documento U.S. 4.478.910 (Oshima *et al.*, 1984) revela un papel para impresión por chorro de tinta que comprende una hoja base con un grado de tamaño específico que tiene una capa de recubrimiento que comprende un aglutinante polimérico soluble en agua y partículas finas de sílice. Las partículas finas de sílice tienen un área de superficie específica mayor de 200 m²/g y, debido a su densidad óptica, son deseables el alcohol polivinílico o sus derivados como aglutinantes. En estos ejemplos se utilizó el PVA 117, fabricado por Kuraray.

el documento U.S. 4.780.356 (Otouma *et al.*, 1988) revela un papel para impresión que comprende una hoja de papel con partículas porosas en la superficie del papel. Las partículas porosas (por ejemplo, sílice, sílice-alúmina, alúmina y sílice-boria) tienen un tamaño de poro de 10 a 5000 Å, un volumen de poro de 0,05 a 3,0 cm³/g, y un tamaño de partícula medio de 0,1 a 50 µm. El alcohol polivinílico se puede utilizar como aglutinante para las partículas en una cantidad del 5 al 60% (preferentemente del 20 al 40%) en peso, en base al peso total de aglutinante y partículas. En estos ejemplos se utilizó el PVA 117, fabricado por Kuraray.

el documento U.S. 5.057.570 (Miller *et al.*, 1991) revela un procedimiento de preparación de una composición acuosa de recubrimiento de papel, con alto contenido en partículas sólidas, en la que se añaden partículas sólidas secas de un alcohol polivinílico, de bajo peso molecular, parcialmente hidrolizado, a una dispersión acuosa de pigmento, con alto contenido en partículas sólidas, y se mezclan sin calentamiento externo, hasta que se disuelven. La dispersión acuosa de pigmento contiene típicamente arcilla y/o carbonato cálcico con un nivel de partículas sólidas del 70 al 76%

el documento U.S. 5.270.103 (Oliver, 1993) revela una hoja receptora que tiene un recubrimiento y que es adecuada para la impresión con tintas con base acuosa, que comprende un pigmento, un aglutinante alcohol polivinílico y un componente aglutinante adicional. El alcohol polivinílico está hidrolizado, al menos el 87% en moles, preferentemente, está hidrolizado, al menos el 99% en moles.

5

el documento JP 11-4983 (1999) revela una mezcla de un alcohol polivinílico con un polvo orgánico y/o inorgánico, y la combinación de la mezcla con agua para obtener una dispersión no aglomerada que tiene una alta concentración de alcohol polivinílico. Se ha descrito que la dispersión es útil para adhesivos y pinturas. El alcohol polivinílico en polvo tiene un tamaño de partícula medio de 500 μm o menos. Tiene un grado de polimerización de 500 a 3000 (preferentemente de 100 a 2500), y está hidrolizado del 75 al 95% en moles (preferentemente del 75 al 90% en moles). Los dos materiales se mezclan a una relación, en volumen, de 1/0,2 a 1/15 de alcohol polivinílico/partículas orgánicas y/o inorgánicas. Los ejemplos de partículas inorgánicas son arcillas, sílice, carbonato cálcico y sulfato de bario.

10

15

Como se señaló anteriormente, se ha mostrado que el carbonato cálcico, de tamaño fino de partícula, es un pigmento particularmente útil para las composiciones de recubrimiento de papel para impresión por chorro de tinta; sin embargo, el tamaño fino de partícula resulta en una viscosidad muy alta, en el intervalo de baja tasa de cizallamiento, después de que las partículas se hayan puesto en una suspensión a los niveles necesarios para las composiciones de recubrimiento de papel para impresión por chorro de tinta. La viscosidad alta, en este intervalo de baja tasa de cizallamiento, presenta problemas en el manejo de la dispersión durante el proceso de recubrimiento.

20

Breve resumen de la invención

25

La presente invención está dirigida a la producción de una composición de recubrimiento de papel que tiene una viscosidad a cizallamiento bajo mejorada a alto nivel de partículas sólidas de carbonato cálcico de tamaño fino de partícula.

30

En un aspecto, la presente invención proporciona un procedimiento para la preparación de una composición de recubrimiento de papel que comprende una dispersión acuosa de partículas de pigmento que contiene, predominantemente, carbonato cálcico de tamaño fino de partícula, en la que la composición de recubrimiento comprende del 10 al 32% de partículas sólidas, por ejemplo del 10 al 30% de partículas sólidas, comprendiendo dicho procedimiento la mezcla de partículas secas de alcohol polivinílico en una dispersión acuosa de partículas de pigmento que contiene, al menos, el 90% en peso de carbonato cálcico de tamaño fino de partícula, que tienen un área de superficie media de al menos 60 m^2/g , hasta que las partículas de alcohol polivinílico se disuelven sin calentamiento y sin adición de agua, para formar una dispersión de partículas de pigmento en una solución acuosa de alcohol polivinílico, comprendiendo la dispersión de partículas de pigmento en solución acuosa de alcohol polivinílico, de 0,1 a 50 partes de alcohol polivinílico por 100 partes de partículas de pigmento, teniendo el alcohol polivinílico un grado de polimerización de 50 a 600 y estando hidrolizado del 85 al 90% en moles, y teniendo las partículas de alcohol polivinílico un tamaño medio de partícula de 200 μm o menos, y mezclando opcionalmente otros aditivos de recubrimiento con la dispersión de partículas de pigmento en solución acuosa de alcohol polivinílico.

35

40

45

Existen diversas ventajas para preparar una composición de recubrimiento mezclando primero el alcohol polivinílico en polvo, con tamaño fino de partícula, de bajo peso molecular, parcialmente hidrolizado, directamente con la suspensión de carbonato cálcico de tamaño fino de partícula. Estas incluyen:

50

el alcohol polivinílico no necesita solubilización anterior a la mezcla con la suspensión de carbonato cálcico, eliminando de esta forma el problema de la adición de más agua a la suspensión y reducción de la cantidad de partículas sólidas;

el alcohol polivinílico se puede solubilizar en la suspensión de carbonato cálcico sin calentamiento;

55

la viscosidad a cizallamiento bajo de la suspensión de carbonato cálcico se reduce significativamente, permitiendo así una mayor eficiencia de mezclado, facilitando su filtración y mejorando la eficiencia de bombeo de la formulación de recubrimiento final;

el nivel de partículas sólidas de la suspensión de pigmento se puede incrementar sin incrementar la viscosidad a cizallamiento, permitiendo así un manejo más fácil de la formulación final de recubrimiento;

60

la unión del carbonato cálcico al sustrato celulósico, a pesar de su gran área de superficie, se realiza con una cantidad relativamente pequeña de alcohol polivinílico; por ejemplo, tan baja como de 5 a 15 partes de alcohol polivinílico por 100 partes de pigmento;

65

- no se necesitan aglutinantes adicionales en la formulación final del recubrimiento; y la formulación de recubrimiento de alcohol polivinílico/carbonato cálcico, cuando se aplica a un sustrato de papel, como un recubrimiento de papel para impresión por chorro de tinta, proporciona una capacidad de impresión por chorro de tinta excelente.

Descripción detallada de la invención

La dispersión acuosa de pigmento consiste típicamente en, al menos, aproximadamente el 90% en peso de carbonato cálcico de tamaño fino de partícula, a niveles de partículas sólidas en el intervalo del 10 al 32%, por ejemplo del 10 al 30%; preferentemente del 20 al 30%. También, pueden estar presentes, hasta aproximadamente el 10%, de otros pigmentos de papel, tales como arcillas, sílice y dióxido de titanio.

El carbonato cálcico de tamaño fino de partícula tiene un área de superficie media de, al menos 60 m²/g; preferentemente, al menos 80 m²/g. El carbonato cálcico de tamaño fino de partícula se puede preparar por envejecimiento por calor y/o mezclando carbonato cálcico precipitado, tal como en el procedimiento descrito en la patente de E.E.U.U número 5.643.631 y en la patente de E.E.U.U número 5.783.038. Está disponible comercialmente un carbonato cálcico que tiene un área de superficie media de 80 m²/g, bajo la marca comercial JETCOAT™ 30 Specialty PCC de Specialty Minerals.

El alcohol polivinílico en polvo, con un tamaño fino de partícula, de bajo peso molecular, parcialmente hidrolizado, adecuado para su uso en esta invención puede estar hidrolizado del 70 a 90, preferentemente de 85 a 90, y más preferentemente de 87 a 89% en moles, tiene un grado de polimerización (DPn) de 50 a 600, preferentemente de 150 a 300, y un tamaño de partícula medio de 200 μm o menos, preferentemente, 180 μm o menos. Un ejemplo de un alcohol polivinílico en polvo preferido es el alcohol polivinílico Airvol® 203S, suministrado por Air Products and Chemicals, Inc. El alcohol polivinílico utilizado en esta invención se puede preparar mediante técnicas de síntesis y saponificación muy conocidas por los expertos en la técnica de fabricación de alcohol polivinílico. Un alcohol polivinílico con un tamaño fino de partícula se puede obtener moliendo las partículas de alcohol polivinílico y pasando las partículas a través de una malla.

El alcohol polivinílico en polvo, con un tamaño fino de partícula, de bajo peso molecular, parcialmente hidrolizado, se añade lentamente a la suspensión de carbonato cálcico agitada a una tasa que no provoque aglutinación del alcohol polivinílico. Típicamente, la adición de alcohol polivinílico a una tasa del 1% de alcohol polivinílico en 10 segundos es suficiente para evitar aglutinación. El mezclado continua hasta que se solubiliza el alcohol polivinílico; típicamente, el mezclado continua, al menos, 15 minutos. El mezclado de la suspensión de carbonato cálcico con el alcohol polivinílico en polvo seco y fino, se lleva a cabo preferentemente a tasas de cizallamiento altas. La cantidad de alcohol polivinílico puede oscilar entre 0,1 y 50 partes/100 partes de pigmento; preferentemente de 3 a 25 partes de alcohol polivinílico/100 partes de pigmento. Se ha visto que cantidades de 5 a 15 partes de alcohol polivinílico/100 partes de carbonato cálcico de tamaño fino de partícula, unen eficientemente el pigmento. La solubilización del alcohol polivinílico se puede llevar a cabo a temperatura ambiente, esto es, a 20°C. No se requiere calentamiento para solubilizar el alcohol polivinílico.

Viscosidad a cizallamiento bajo es la viscosidad de un fluido (por ejemplo, una suspensión de carbonato cálcico que contiene del 28 al 32% de partículas sólidas y de 3 a 25 partes de alcohol polivinílico, de bajo peso molecular, parcialmente hidrolizado, por 100 partes de carbonato cálcico) que resulta de la tasa de cizallamiento generada por un viscosímetro Brookfield (eje No. 3 a 100 rpm).

La dispersión acuosa de pigmento, con alto contenido en partículas sólidas, que contiene alcohol polivinílico, se puede utilizar para preparar composiciones de recubrimiento de papel para impresión por chorro de tinta o se puede usar directamente como una composición de recubrimiento de papel para impresión por chorro de tinta. No se necesitan aglutinantes o dispersantes adicionales en la composición de recubrimiento. Una composición de recubrimiento de papel típica para aplicaciones de impresión por chorro de tinta contiene:

de 90 a 100 partes de carbonato cálcico de tamaño fino de partícula;

de 0 a 10 partes de un pigmento secundario;

de 0,1 a 50 partes de alcohol polivinílico

de 0 a 3 partes de fijadores de colorantes catiónicos, tales como polietilenimina o poli(cloruro de dialildimetilamonio); y

de 0 a 0,3 partes de un agente antiespumante.

La invención se clarificará adicionalmente mediante la consideración de los siguientes ejemplos, que pretenden ser puramente ejemplares de la invención.

Ejemplo 1*Efecto de la modificación de la viscosidad*

Se midió el efecto de modificación de la viscosidad por el alcohol polivinílico, con tamaño fino de partícula, de bajo peso molecular, parcialmente hidrolizado, sobre las suspensiones de carbonato cálcico. Una alícuota de carbonato cálcico Jet Coat™ precipitado (500 g en una suspensión que contiene del 25 al 30% de partículas sólidas), se agitó

ES 2 287 038 T3

con un mezclador de laboratorio de tipo Dispersator de cizallamiento alto. Varias cantidades de alcohol polivinílico en polvo Airvol® 203S, en el que el 99% de las partículas del polvo tienen un tamaño de partícula medio menor de 180 μm , se añadieron a la mezcla agitada a una tasa del 1% por 10 segundos. La agitación de la muestra continuó durante 15 minutos después de la adición del Airvol 203S. En un ejemplo comparativo, se añadieron 0,3 g del dispersante pirofosfato de tetrasodio (TSPP) a la suspensión de carbonato cálcico. La Viscosidad de Brookfield se midió a 10, 20, 50 y 100 rpm. Los resultados de las mediciones se muestran en la Tabla 1.

TABLA 1

	Jet coat 30*	5 pts A203S por	10 pts A203S por	20 pts A203S por	0,3 pts TSPP (dispersante) por
Partículas sólidas	28,50%	28,04%	29,72%	31,64%	27,70%
Viscosidad de					
Brookfield	6960	1530	990	900	5870
10 rpm	3980	810	545	550	3090
20 rpm	2008	358	264	318	1308
50 rpm	1152	209	165	223	690
100 rpm					
* Suministrado por Specialty Minerals como una suspensión					

Con la mayoría de los recubrimientos, a medida que se incrementa el contenido de partículas sólidas, aumenta la viscosidad a cizallamiento bajo. Sin embargo, inesperadamente, la adición de Airvol 203S a Jet Coat 30 resultó en una reducción sustancial de la viscosidad a cizallamiento bajo. La reducción de la viscosidad a cizallamiento bajo se equilibra a 20 partes de Airvol 203S/100 partes de carbonato cálcico. Los resultados obtenidos con Airvol 203S fueron mucho mejores que los obtenidos con el dispersante TSPP.

Ejemplo 2

Efecto de unión

Se midió el efecto del Airvol 203S como aglutinante para las partículas finas de carbonato cálcico sobre papel. Una hoja base de papel sin recubrir se sujetó en una placa de cristal con cinta adhesiva. Se vertió la formulación de recubrimiento sobre la superficie superior del papel. Se colocó un dosificador helicoidal en la parte superior del recubrimiento y se dirigió a lo largo del papel aplicando una capa uniforme de formulación de recubrimiento a través de toda la longitud del papel. La hoja recubierta húmeda se secó posteriormente en un horno por aire forzado a 250°F (121°C) durante 2 minutos. El efecto de unión (Fuerza de unión IGT) se midió utilizando un Tappi Method T514 pm-82. "Surface Strength of Coated Paperboard". La Tabla 2 presenta los resultados de las medidas de fuerza de unión IGT.

TABLA 2

	Jet Coat 30 (no A203S)	10 pts A203S por 100	20 pts A203S por 100	0,3 pts TSPP (dispersante)
Fuerza de unión IGT	sin adherencia	9	14	sin adherencia
* VVP = velocidad de viscosidad del producto (kilopoise-centímetros/segundo)				

ES 2 287 038 T3

Estos datos muestran que la unión mejoraba a medida que se incrementaba la cantidad de Airvol 203S de 10 a 20 partes/100 partes de Jet Coat 30. No hubo adherencia utilizando Jet Coat 30 sólo o Jet Coat 30 con TSPP.

Ejemplo 3

Capacidad de impresión

La capacidad de impresión, por chorro de tinta, del papel recubierto con una combinación de Jet Coat 30 y del alcohol polivinílico Airvol 203S se midió mediante la aplicación de la formulación de recubrimiento, con un dosificador helicoidal, a una hoja base no recubierta y el secado del recubrimiento a 250°F (121°C) durante 2 minutos. Los pesos de los recubrimientos fueron entre 8 y 10 g/m². Como ejemplos comparativos se utilizaron Airvol 203S sólo y una mezcla de 0,3 partes de TSPP con Jet Coat 30. Los papeles recubiertos se imprimieron en una impresora por chorro de tinta Hewlett Packard HP 560, utilizando un patrón de análisis desarrollado por Hewlett Packard. La densidad óptica se midió con un Tobias IQ 200 Densitometer. Los resultados se presentan en la Tabla 3.

TABLA 3

	Hoja base	A203S	10 pts	20 pts	0,3 pts TSPP
Negro	0,57	0,75	0,94	0,96	
comp.	0,77	ND	1,14	1,1	Espolvoreo
Magenta	0,61	ND	0,85	0,83	
Amarillo	1,03	1,11	1,48	1,4	
Cian	0,86	0,94	1,32	1,24	
Negro mono					

La capacidad de impresión por chorro de tinta de un aglutinante para recubrimientos de papel para impresión por chorro de tinta es muy importante. El aglutinante debe ser suficientemente hidrófilo para permitir que el vehículo de la tinta penetre en el recubrimiento mientras que la tinta permanece en la superficie del recubrimiento junto con el pigmento. Además, el aglutinante no debe contener tensioactivos no deseables que afecten adversamente a la energía de superficie del recubrimiento, provocando que la tinta se extienda creando una gran ganancia de puntos de tinta que conduce a una formación de una letra y de una imagen pobre. Una medida de la capacidad de impresión por chorro de tinta es la densidad óptica de la tinta. Cuando mayor es la densidad, más profunda es la sombra de color producida.

Los resultados en la Tabla 3 muestran que las combinaciones de jet Coat 30 y Airvol 203S proporcionan una densidad óptica de la impresión por chorro de tinta, significativamente mejor que A203S sólo. Se muestra aquí que el Airvol 203S proporciona propiedades hidrófilas y no contiene tensioactivos no deseables.

Ejemplo 4

Comparación con otros pigmentos

El ejemplo compara el efecto de Airvol 203S sobre la viscosidad a cizallamiento bajo de diversos pigmentos utilizados típicamente para aplicaciones de recubrimiento de papel. Se pesó una alícuota de la suspensión de pigmento y se añadió agua, si era necesario para obtener el nivel de partículas sólidas deseado. Posteriormente comenzó la agitación con un mezclador del tipo de laboratorio. Se añadió lentamente Airvol 203S a la suspensión de pigmento en agitación y el mezclado continuó durante aproximadamente 30 minutos más. Se comprobó la solubilización completa del Airvol 203S lavando una pequeña muestra mediante tamiz de malla 325 y analizando el alcohol polivinílico no solubilizado. Cuando el alcohol polivinílico estuvo completamente disuelto, se midió el contenido final de partículas sólidas mediante la técnica de microondas. La viscosidad de la mezcla se midió posteriormente con un viscosímetro Brookfield a 100 rpm. Los resultados se presentan en la Tabla 4.

ES 2 287 038 T3

TABLA 4

Prueba	Tipo de pigmento	Pigmento	%	Airvol 203S	Brookfield
1	Carbonato cálcico-A	12,6	70	0	85
2	Carbonato cálcico-A	12,6	70	5	775
3	Carbonato cálcico-A	12,6	70	10	3252
4	Carbonato cálcico-A	12,6	70	20	4560
5	Carbonato cálcico-A	12,6	30	0	15
6	Carbonato cálcico-A	12,6	30	5	19
7	Carbonato cálcico-A	12,6	30	10	25
8	Carbonato cálcico-A	12,6	30	20	40
9	Carbonato cálcico-B	7,1	70	0	204
10	Carbonato cálcico-B	7,1	70	5	400
11	Carbonato cálcico-B	7,1	70	10	2240
12	Carbonato cálcico-B	7,1	70	20	2830
13	Carbonato cálcico-B	7,1	30	0	14,4
14	Carbonato cálcico-B	7,1	30	5	18
15	Carbonato cálcico-B	7,1	30	10	25,1
16	Carbonato cálcico-B	7,1	30	20	39
17	Carbonato cálcico Jet Coat 30	80	30	0	1152
18	Carbonato cálcico Jet Coat 30	80	30	5	209
19	Carbonato cálcico Jet Coat 30	80	30	10	165
20	Carbonato cálcico Jet Coat 30	80	30	20	223
21	Arcilla	15	70		241
22	Arcilla	15	70	10	2140
23	Arcilla	15	30	0	17,2
24	Arcilla	15	30	10	31
25	Dióxido de titanio	7-30	70	0	125
26	Dióxido de titanio	7-30	70	10	288

ES 2 287 038 T3

Los pigmentos de las pruebas no. 1-16 y 21-26 tienen viscosidades bajas a un contenido del 30% de partículas sólidas, debido a un tamaño de partícula mayor o a un área de superficie reducida de estos pigmentos, en comparación con el Jet Coat 30 (análisis no. 17-20); esto es, las partículas de Jet Coat 30 tienen un área de superficie media que es de 5 a 8 veces el área de superficie media de los otros pigmentos en el ejemplo, Es bien conocido que a medida que incrementa el área de superficie de las partículas del pigmento, aumenta la viscosidad de la suspensión de pigmento y que la adición de un aglutinante, tal como el alcohol polivinílico, resultará en un incremento adicional de la viscosidad. Sin embargo, inesperadamente, cuando se añadió Airvol 203S a la suspensión de carbonato cálcico Jet Coat 30 (análisis no. 17-20), hubo un descenso sustancial de la viscosidad. En contraste con esto, la viscosidad aumentó cuando se añadió Airvol 203S a las otras muestras de suspensiones de pigmentos (análisis no. 1-16, 21-26).

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Un procedimiento para la preparación de una composición de recubrimiento de papel que comprende una dispersión acuosa de partículas de pigmento que contiene predominantemente carbonato cálcico de tamaño fino de partícula, en el que la composición de recubrimiento comprende del 10 al 32% de partículas sólidas, comprendiendo dicho procedimiento

10 la mezcla de partículas secas de alcohol polivinílico en una dispersión acuosa de partículas de pigmento que contiene, al menos el 90% en peso de carbonato cálcico de tamaño fino de partícula, que tiene un área de superficie media de, al menos, 60 m²/g, hasta que las partículas de alcohol polivinílico se disuelven sin calentamiento y sin la adición de agua, para formar una dispersión de partículas de pigmento en una solución acuosa de alcohol polivinílico, comprendiendo la dispersión de partículas de pigmento en la solución acuosa de alcohol polivinílico, de 0,1 a 50 partes de alcohol polivinílico por 100 partes de partículas de pigmento, teniendo el alcohol polivinílico un grado de polimerización de 50 a 600 y estando hidrolizado del 85 al 90% en moles, y teniendo las partículas de alcohol polivinílico un tamaño de partícula medio de 200 μm o menos, y mezclando opcionalmente otros aditivos de recubrimiento con la dispersión de partículas de pigmento en solución acuosa de alcohol polivinílico.

20 2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el carbonato cálcico de tamaño fino de partícula tiene un área de superficie media de, al menos, 80 m²/g.

3. El procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el alcohol polivinílico tiene un grado de polimerización de 150 a 300 y está hidrolizado del 87 al 89% en moles, y las partículas del alcohol polivinílico tienen un tamaño de partícula medio 180 μm o menos.

40 4. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la dispersión de las partículas de pigmento en la solución acuosa de alcohol polivinílico comprende de 3 a 25 partes de alcohol polivinílico por 100 partes de partículas de pigmento.

50 5. El procedimiento según la reivindicación 4, en el que la dispersión de las partículas de pigmento en la solución acuosa de alcohol polivinílico comprende de 5 a 15 partes de alcohol polivinílico por 100 partes de partículas de pigmento.

6. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la composición de recubrimiento comprende del 10 al 30% de partículas sólidas.

7. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la composición de recubrimiento comprende del 20 al 30% de partículas sólidas.

80 8. El uso de alcohol polivinílico para reducir la viscosidad a cizallamiento bajo de una dispersión acuosa de partículas de pigmento que contiene, al menos, el 90% en peso de carbonato cálcico de tamaño fino de partícula para su uso en una composición de recubrimiento de papel, en la que las partículas de carbonato cálcico tienen un área de superficie media de, al menos 60 m²/g, comprendiendo dicha dispersión acuosa del 10 al 32% de partículas sólidas, en la que el alcohol polivinílico, está presente en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso por 100 partes de partículas de carbonato cálcico, teniendo el alcohol polivinílico un grado de polimerización de 50 a 600 y estando hidrolizado el alcohol polivinílico del 85 al 90% en moles, y teniendo las partículas de alcohol polivinílico un tamaño medio de partícula de 200 μm o menos.

9. El uso según la reivindicación 8, en el que el carbonato cálcico de tamaño fino de partícula tienen un área de superficie media de, al menos 80 m²/g.

10. El uso según la reivindicación 8 ó 9, en el que el alcohol polivinílico tiene un grado de polimerización de 150 a 300 y está hidrolizado del 85 al 90% en moles, y el alcohol polivinílico está en forma de partículas secas con un tamaño medio de partícula de 180 μm o menos.

55 11. El uso según la reivindicación 8, 9 ó 10, en el que el alcohol polivinílico se añade en una cantidad de 3 a 25 partes de alcohol polivinílico por 100 partes de carbonato cálcico.

60 12. El uso según la reivindicación 11, en el que el alcohol polivinílico se añade en una cantidad de 5 a 15 partes de alcohol polivinílico por 100 partes de carbonato cálcico.