



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

(11) BR 112018069538-6 B1



(22) Data do Depósito: 31/03/2017

(45) Data de Concessão: 17/01/2023

(54) Título: PRODUTO DE PAPEL OU PAPELÃO E MÉTODO DE FABRICAÇÃO DE UM PRODUTO DE PAPEL OU PAPELÃO

(51) Int.Cl.: D21H 11/18; D21H 19/52.

(30) Prioridade Unionista: 05/04/2016 GB 1605797.8.

(73) Titular(es): FIBERLEAN TECHNOLOGIES LIMITED.

(72) Inventor(es): PER SVENDING; JONATHAN STUART PHIPPS; JOHANNES KRITZINGER; TOM LARSON; SOULTANA SELINA; DAVID SKUSE.

(86) Pedido PCT: PCT IB2017000450 de 31/03/2017

(87) Publicação PCT: WO 2017/175062 de 12/10/2017

(85) Data do Início da Fase Nacional: 25/09/2018

(57) Resumo: A presente invenção se refere a produtos, como produtos de papel e papelão, que compreendem um substrato contendo celulose e estrato superior que compreende celulose microfibrilada e particulado inorgânico, a métodos de fabricação de tais produtos de papel e papelão, e usos associados de tais produtos de papel e papelão. A celulose microfibrilada e o material particulado inorgânico são aplicados no estágio em que o substrato úmido está no processo de ser formado no fio de uma máquina de fabricação de papel, evitando, assim, o custo adicional de equipamento e maquinário mais extensos bem como na secagem separada de um revestimento. A celulose microfibrilada facilita a aplicação de particulado inorgânico sobre a superfície de um substrato de papel ou de papelão úmido quando aplicada assim, aprisionando o particulado inorgânico sobre a superfície do substrato e proporcionando ao compósito resistência suficiente e uma estrutura de poro adequada para tornar o mesmo adequado para impressão e outras demandas de uso final.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para: **"PRODUTO DE PAPEL OU PAPELÃO E MÉTODO DE FABRICAÇÃO DE UM PRODUTO DE PAPEL OU PAPELÃO"**

Campo da Técnica

[001] A presente invenção refere-se a produtos de papel ou papelão que compreendem um substrato e pelo menos um estrato superior que compreende um compósito de celulose microfibrilada e pelo menos um material particulado inorgânico em uma quantidade que é adequada para conferir propriedades óticas, superficiais e/ou mecânicas aprimoradas a tais produtos de papel ou papelão para tornar os mesmos adequados para impressão e outras demandas de uso final, a métodos de fabricação de produtos de papel ou papelão por meio de um processo de aplicação de um compósito de celulose microfibrilada e pelo menos um material particulado inorgânico sobre o substrato úmido no fio na extremidade úmida de uma máquina de fabricação de papel, e a usos associados de tais produtos de papel ou papelão.

Antecedentes da Invenção

[002] Produtos de papel e papelão são muitos e vários. Existe uma necessidade constante para melhorar a qualidade em produtos de papel e papelão que têm propriedades óticas, superficiais e/ou mecânicas, que tornam os mesmos adequados para impressão e outras demandas de uso final, e para aprimorar os métodos para fabricar tais produtos de papel e papelão que têm capacidade de impressão e

propriedades de superfície aprimoradas, por exemplo, reduzindo o custo, tornando o processo mais eficiente e ecológico e/ou aprimorando a reciclabilidade do produto de papel.

[003] O cartão canelado de papel branco é convencionalmente fabricado em uma máquina de papel multiformadora. A camada superior de um cartão canelado de papel branco frequentemente compreende uma fibra Kraft (curta) de madeira dura alvejada ligeiramente refinada, que pode conter enchimento em uma quantidade de até cerca de 20% em peso. A camada superior é convencionalmente aplicada para cobrir a base com uma camada para aprimorar a aparência ótica do cartão canelado e para alcançar uma superfície de alto brilho adequada para impressão ou como uma base para revestimento. Uma camada à base de polpa é convencionalmente usada devido ao fato de que a camada de base normalmente compreende ou polpa Kraft não alvejada ou papelão reciclado ("OCC," recipientes corrugados velhos) e é, assim, muito áspera e instável para revestir com equipamento convencional. Cartões canalados de papel branco são mais frequentemente impressos flexograficamente, embora seja usada alguma impressão ofsete, e técnicas de jato de tinta estão crescendo em importância.

[004] Com o declínio dos graus de escrita e impressão tradicional, muitas usinas vêm procurando

converter suas máquinas de papel gráfico para fabricar cartão canelado ou outros produtos de embalagem. A conversão de uma máquina de camada única em uma multiformadora exige grande reconstrução e investimento e, sem isso, a máquina estaria limitada à fabricação de graus de cartão canelado simples. A aplicação de um compósito de revestimento adequado para produzir um produto de cartão canelado de papel branco através de um aparelho de revestimento adequado que opera na extremidade úmida da máquina de papel forneceria possibilidade simples e de baixo custo para a máquina produzir de maneira econômica produtos de cartão canelado de papel branco. Aplicar pasta fluida com baixo teor de sólidos de celulose microfibrilada e material particulado orgânico à superfície de um substrato de cartão canelado nesse ponto no processo de produção de cartão canelado permitiria que o cartão canelado de papel branco fosse drenado com o uso de elementos de drenagem existentes e o cartão canelado de papel branco resultante seria prensado e seco como uma folha convencional.

[005] O revestimento sobre um substrato recentemente formado úmido apresenta desafios. Entre esses desafios, se encontra o fato que a superfície de um substrato úmido será muito mais áspera do que uma folha prensada e seca. Por esse motivo, a pasta fluida de estrato superior do compósito de celulose microfibrilada e do material

particulado orgânico precisa criar um fluxo uniforme ou cortina do material compósito a uma taxa de fluxo adequada. Ademais, a pasta fluida de estrato superior precisa ser introduzida na manta úmida uniformemente para obter um revestimento de contorno. Uma vez prensado e seco, o estrato superior precisa apresentar uma superfície que é adequada ou para impressão diretamente ou para revestimento simples. Baixa porosidade e boa resistência de superfície são, portanto, propriedades muito importantes para o cartão canelado de papel branco acabado.

Sumário da invenção

[006] De acordo com um primeiro aspecto da presente invenção, é fornecido um produto de papel ou papelão que compreende:

[007] (i) um substrato contendo celulose; e

[008] (ii) um estrato superior que compreende um material particulado inorgânico e pelo menos cerca de 5% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior;

[009] em que a razão entre o peso de material particulado inorgânico e celulose microfibrilada no estrato superior é de cerca de 20:1 a cerca de 3:1 e, ainda, em que o estrato superior tem um brilho de pelo menos cerca de 65% de acordo com a Norma ISO 11475.

[010] Em certas modalidades, os produtos de papelão

são um papelão de papel branco ou um cartão canelado de papel branco.

[011] De acordo com um segundo aspecto da presente invenção, é fornecido um produto de papel ou papelão que compreende:

[012] (i) um substrato contendo celulose; e

[013] (ii) um estrato superior que compreende material particulado inorgânico na faixa de cerca de 67% em peso a cerca de 90% em peso e pelo menos cerca de 10% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior, em que o estrato superior está presente no produto de papel ou papelão em uma quantidade na faixa de cerca de 15 g/m² a cerca de 40 g/m².

[014] Em certas modalidades do segundo aspecto, o estrato superior está presente no produto em uma quantidade na faixa de cerca de 20 g/m² a cerca de 30 g/m², particularmente pelo menos cerca de 30 g/m².

[015] Em certas modalidades dos primeiro e segundo aspecto, o brilho medido (de acordo com a Norma ISO 11475 (F8; D65 - 400 nm)) no estrato superior é aumentado em comparação com o brilho medido no substrato sobre uma superfície oposta ao estrato superior.

[016] Vantajosamente, em certas modalidades, o estrato superior fornece boa cobertura ótica e física sobre um substrato escuro, por exemplo, um substrato de um brilho

de 15 a 25, com o potencial para render um brilho aprimorado de pelo menos cerca de 65%, pelo menos cerca de 70%, ou pelo menos cerca de 80% a um peso de revestimento de cerca de 30 g/m².

[017] Em certas modalidades, o produto compreende ou é um produto de papelão e, em algumas modalidades, o produto é um produto de papelão, cartão para embalagem ou cartão canelado de papel branco. Além disso, podem ser realizados aprimoramentos no brilho com a utilização dos primeiro e segundo aspectos a coberturas de cerca de 30 g/m² para alcançar níveis de brilho de 80% ou mais em comparação com revestimentos de papel branco convencionais tipicamente exigindo 50 a 60 g/m² a cargas de enchimento inferiores de tipicamente 5 a 15% em peso.

[018] De acordo com um terceiro aspecto, é fornecido um produto de papel ou papelão que compreende:

[019] (i) um substrato contendo celulose; e

[020] (ii) um estrato superior que compreende material particulado inorgânico na faixa de cerca de 67% em peso a cerca de 92% em peso e celulose microfibrilada em uma faixa de 5% em peso a cerca de 30% em peso com base no peso total do estrato superior.

[021] Em certas modalidades, a razão entre o peso de particulado inorgânico e celulose microfibrilada no estrato superior é de cerca de, 8:1 a cerca de 1:1, ou de

cerca de 6:1 a cerca de 3:1, ou de cerca de 5:1 a cerca de 2:1, ou de cerca de 5:1 a cerca de 3:1, ou cerca de 4:1 a cerca de 3:1.

[022] De acordo com um quarto aspecto da presente invenção, é fornecido um método de fabricação de um produto de papel ou papelão, em que o método compreende: (a) fornecer uma manta úmida de polpa; (b) fornecer uma pasta fluida de estrato superior sobre a manta úmida de polpa, em que: (i) a pasta fluida superior é fornecida em uma quantidade na faixa de 15 g/m² a 40 g/m² e (ii) a pasta fluida de estrato superior compreende uma quantidade suficiente de celulose microfibrilada para obter um produto que tem um estrato superior que compreende pelo menos cerca de 5% em peso de celulose microfibrilada com base no peso total de estrato superior; (iii) e a pasta fluida superior compreende material particulado inorgânico e celulose microfibrilada. Em modalidades adicionais, o estrato superior compreende pelo menos cerca de 10% em peso, pelo menos cerca de 20% em peso, ou até cerca de 30% em peso, com base no peso total do estrato superior.

[023] De acordo com um quinto aspecto, a presente invenção se refere ao uso de um estrato superior que compreende pelo menos cerca de 20% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior, como uma camada de papel branco em um substrato de papelão.

Em modalidades adicionais, a presente invenção se refere ao uso de um estrato superior que compreende até cerca de 30% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior, como uma camada de papel branco em um substrato de papelão. Em certas modalidades, a presente invenção se refere ao uso de um estrato superior que compreende material particulado inorgânico na faixa de cerca de 67% em peso a cerca de 92% em peso e celulose microfibrilada em uma faixa de cerca de 5% em peso a cerca de 30% em peso com base no peso total do estrato superior.

[024] De acordo com um sexto aspecto, a presente invenção se refere à formação de uma cortina ou filme através de uma passagem de ranhura não pressurizada ou pressurizada no topo de um substrato úmido no fio da extremidade úmida de uma máquina de papel para aplicar um estrato superior a um substrato para fabricar um produto de papel ou papelão do primeiro ao terceiro aspectos.

[025] Em certas modalidades adicionais, o compósito de celulose microfibrilada e materiais particulados inorgânicos pode ser aplicado como uma camada de papel branco ou outra camada superior. Vantajosamente, o processo pode ser realizado com a utilização de um equipamento de baixo custo para aplicação, como um revestidor em cortina, um revestidor por extrusão pressurizada, revestidor pressurizado ou não pressurizado ou de caixa de entrada

secundária em comparação com a aplicação de uma convencional camada ou revestimento de fibra secundária a um produto de papel ou papelão seco ou semisseco. Ademais, os elementos de drenagem existentes e a seção de prensa de uma máquina de papel como a mesa de drenagem de uma máquina Fourdrinier podem ser utilizados para remoção de água. O estrato superior de celulose microfibrilada e material particulado inorgânico tem a capacidade de permanecer no topo do substrato e de fornecer boa cobertura ótica e física a um baixo peso de base do produto de papel ou papelão.

Breve descrição dos desenhos

[026] A Figura 1 mostra a formação de folhas produzidas a uma gramatura variável de acordo com o Exemplo 1.

[027] A Figura 2 é um gráfico sumarizando o brilho de folhas produzidas a gramatura variável de acordo com o Exemplo 1.

[028] A Figura 3 é um gráfico sumarizando Rugosidade PPS de folhas produzidas a uma gramatura variável de acordo com o Exemplo 1.

[029] A Figura 4 é um gráfico de brilho versus níveis de peso de revestimento para os Testes 1 a 4 do Exemplo 2.

[030] A Figura 5 é uma imagem de microscopia eletrônica por varredura de um substrato revestido com um

estrato superior de 35 g/m² que compreende 20% em peso de celulose microfibrilada e 80% em peso de carbonato de cálcio triturado aplicado a um substrato de 85 g/m² no ponto de teste T2.

[031] A Figura 6 é uma imagem de microscopia eletrônica por varredura de um substrato revestido com 48 g/m² de um estrato superior que compreende 20% em peso de celulose microfibrilada, 20% em peso de carbonato de cálcio triturado e 60% em peso de talco aplicado a um substrato de 85 g/m² no ponto de teste T4.

[032] A Figura 7 apresenta uma seção transversal de uma amostra impressa de Flexografia.

Descrição detalhada da invenção

[033] Foi surpreendentemente constatado que um estrato que compreende um compósito de material particulado inorgânico e celulose microfibrilada pode ser adicionado a uma manta de papel na extremidade úmida de uma máquina de papel (como uma máquina Fourdrinier), imediatamente após a linha úmida se formar e, quando a manta é ainda menor que 10 a 15% em peso de sólidos. O papel ou papelão de estrato superior fabricado por meio do processo revelado fornece propriedades óticas vantajosas (por exemplo, brilho) bem como peso leve e/ou aprimoramento de superfície (por exemplo, lisura e baixa porosidade, enquanto mantém propriedades mecânicas adequadas (por exemplo, resistência para

aplicações de uso final.

[034] Entende-se que um estrato de "topo" um estrato superior que é aplicado sobre ou ao substrato, em que o substrato pode ter estratos ou camadas intermediárias abaixo do estrato superior. Em certas modalidades, o estrato superior é um estrato externo, isto é, não tem um outro estrato no topo. Em certas modalidades, o estrato superior tem uma gramatura de pelo menos cerca de 15 g/m² a cerca de 40 g/m².

[035] "Celulose microfibrilada" significa uma composição de celulose na qual microfibrilas de celulose são liberadas ou parcialmente liberadas como espécies individuais ou como agregados menores em comparação com as fibras de uma celulose pré-microfibrilada. A celulose microfibrilada pode ser obtida por meio da microfibrilação de celulose, que inclui, sem limitação, os processos descritos no presente documento. Fibras de celulose típicas (isto é, polpa pré-microfibriladas ou polpa ainda não fibrilada) adequadas para uso na fabricação de papel incluem agregados maiores de centenas ou milhares de microfibrilas celulosas individuais. Por meio de microfibrilação da celulose, características e propriedades particulares, que incluem, sem limitação, as características e propriedades descritas no presente documento, são conferidas à celulose microfibrilada e às composições que incluem a celulose

microfibrilada.

[036] Existem inúmeros tipos de papel ou papelão que podem ser fabricados com as composições reveladas de celulose microfibrilada e materiais particulados inorgânicos e por meio dos processos de fabricação descritos no presente documento. Não existe demarcação evidente entre produtos de papel e papelão. Os últimos tendem a ser materiais à base de papel mais espessos com gramaturas aumentadas. Os papelões podem ser um estrato único, ao qual o estrato superior de um compósito de celulose microfibrilada e material particulado inorgânico pode ser aplicado, ou o papelão pode ser um substrato de múltiplos estratos. A presente invenção se refere a inúmeras formas de papelão, que incluem, a título de exemplo e sem limitação, cartão de embalagem ou cartão, que inclui cartões dobráveis e cartões montáveis rígidas e cartão de embalagem dobráveis; por exemplo, uma chapa de embalagem líquida. O papelão pode ser aglomerado ou aglomerado com forro branco. O papelão pode ser uma chapa Kraft, chapa laminada. O papelão pode ser uma chapa alvejada sólida ou uma chapa não alvejada sólida. Várias formas de cartão para embalagem estão incluídas nos produtos de papelão da presente invenção como painel de fibras corrugado (que é um material de construção e não um produto de papel ou papelão *per se*), cartão canelado ou uma chapa do fichário. O papelão descrito no presente documento pode ser adequado

para embrulhar ou embalar uma variedade de produtos finais, incluindo, por exemplo, alimentos.

[037] Em certas modalidades, o produto é ou compreende cartão para embalagem, e o substrato e estrato superior são adequados para uso em ou como cartão para embalagem. Em certas modalidades, o produto é ou compreende um dentre forro Kraft marrom, forro Kraft de papel branco, papel-capa, papel-capa de papel branco, forro reciclado leve marrom, papel-capa manchado forro reciclado de papel branco.

[038] Em certas modalidades, o produto é ou compreende cartão.

[039] Em certas modalidades, o produto é ou compreende papel Kraft.

[040] Em certas modalidades, o substrato compreende um produto de papelão ou é adequado para uso em ou como um produto de papelão. Em certas modalidades, o substrato é adequado para uso em um produto de papelão de papel branco, por exemplo, como cartão canelado. Em certas modalidades, o produto compreende ou é um produto de papelão, por exemplo, cartão canelado. Em certas modalidades, o produto compreende ou é um produto de papelão de papel branco, por exemplo, cartão canelado. Em tais modalidades, o produto de papelão pode ser cartão ondulado, por exemplo, que tem o produto que compreende substrato e estrato superior como cartão canelado. Em certas modalidades, o produto de papelão é

ondulado de face única, parede única, parede dupla ou parede tripla.

[041] Exceto se estabelecido em contrário, as quantidades se baseiam no peso seco total do estrato superior e/ou substrato.

[042] Exceto se estabelecido em contrário, as propriedades de tamanho de partícula referidas no presente documento para os materiais particulados inorgânicos são como medido de maneira bem conhecida por sedimentação do material particulado em uma condição completamente dispersa em um meio aquoso com o uso de uma máquina Sedigraph 5100 como fornecida pela Micromeritics Instruments Corporation, Norcross, Georgia, EUA (telefone: +1 770 662 3620; página da internet: www.micromeritics.com), referido no presente documento como uma "unidade de Micromeritics Sedigraph 5100". Tal máquina fornece medições e um gráfico do percentual cumulativo em peso de partículas que têm um tamanho, referido na técnica como o 'diâmetro esférico equivalente' (e.s.d), menor que valores de e.s.d dados. O tamanho médio de partícula d_{50} é o valor determinado dessa forma do e.s.d de partícula no qual há 50% em peso das partículas que têm um diâmetro esférico equivalente menor que aquele valor de d_{50} .

[043] Alternativamente, quando estabelecido, as propriedades de tamanho de partícula referidas no presente

documento para os materiais particulados inorgânicos são como medido por meio do método convencional bem conhecido empregado na técnica de dispersão de luz de laser, com o uso de uma máquina Malvern Mastersizer S como fornecido por Malvern Instruments Ltd (ou por meio de outros métodos que essencialmente dão o mesmo resultado). Na técnica de dispersão de luz de laser, o tamanho de partículas em pós, suspensões e emulsões pode ser medido com o uso da difração de um feixe de laser, com base na aplicação da teoria de Mie. Tal máquina fornece medições e um gráfico do percentual cumulativo em volume de partículas que têm um tamanho, referido na técnica como o 'diâmetro esférico equivalente' (e.s.d), menor que os valores de e.s.d dados. O tamanho médio de partícula d_{50} é o valor determinado dessa forma do e.s.d de partícula no qual há 50% em volume das partículas que têm um diâmetro esférico equivalente menor que aquele valor de d_{50} .

[044] Exceto se estabelecido em contrário, as propriedades de tamanho de partícula dos materiais de celulose microfibrilada são como medido por meio do método convencional bem conhecido empregado na técnica de dispersão de luz de laser, com o uso de uma máquina Malvern Mastersizer S como fornecido por Malvern Instruments Ltd (ou por meio de outros métodos que essencialmente dão o mesmo resultado).

[045] São fornecidos abaixo detalhes do

procedimento usado para caracterizar as distribuições de tamanho de partícula de misturas de material particulado inorgânico e celulose microfibrilada com o uso de uma máquina Malvern Mastersizer S.

Estrato superior

[046] Em certas modalidades, o estrato superior compreende pelo menos cerca de 5% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior. Em certas modalidades, o estrato superior compreende de cerca de 5% em peso a cerca de 30% em peso de celulose microfibrilada, por exemplo, 5% em peso a cerca de 25% em peso, ou de cerca de 10% em peso a cerca de 25% em peso, ou de cerca de 15% em peso a cerca de 25% em peso, ou de cerca de 17,5% em peso a cerca de 22,5% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior.

[047] Em certas modalidades, o estrato superior compreende pelo menos cerca de 67% em peso de material particulado inorgânico, ou pelo menos cerca de 70% em peso de material particulado inorgânico, ou pelo menos cerca de 75% em peso de material particulado inorgânico, ou pelo menos cerca de 80% em peso de material particulado inorgânico, ou pelo menos cerca de 85% em peso de material particulado inorgânico, ou pelo menos cerca de 90% em peso de material particulado inorgânico, com base no peso total do estrato superior e, opcionalmente, de 0 a 3% em peso de outros

aditivos.

[048] Em certas modalidades, a celulose microfibrilada e o material particulado inorgânico fornecem uma gramatura de estrato superior de cerca de 15 g/m² a cerca de 40 g/m². Nessa e em outras modalidades, a razão entre o peso de particulado inorgânico e de celulose microfibrilada no estrato superior é de cerca de 20:1, ou cerca de 10:1, ou cerca de 5:1, ou cerca de 4:1, ou cerca de 3:1 ou cerca de 2:1.

[049] Em certas modalidades, o estrato superior compreende de cerca de 70% em peso a cerca de 90% em peso de material particulado inorgânico e de cerca de 10% em peso a cerca de 30% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior e, opcionalmente, até 3% em peso de outros aditivos.

[050] Em certas modalidades, o estrato superior opcionalmente pode conter composto orgânico adicional, isto é, composto orgânico diferente de celulose microfibrilada.

[051] Em certas modalidades, o estrato superior opcionalmente pode conter polímero catiônico, polímero aniônico e/ou hidrocoloide polissacarídeo.

[052] Em certas modalidades, o estrato superior opcionalmente pode conter cera, poliolefinas e/ou silicone.

[053] Em certas modalidades, o estrato superior é desprovido de um agente abrillantador ótico.

[054] Em certas modalidades, o estrato superior consiste essencialmente em material particulado inorgânico e celulose microfibrilada e, como tal, compreende não mais que cerca de 3% em peso, por exemplo, não mais que cerca de 2% em peso, ou não mais que cerca de 1% em peso, ou não mais que cerca de 0,5% em peso de aditivos além de material particulado inorgânico e celulose microfibrilada. Em tais modalidades, o estrato superior pode compreender até cerca de 3% em peso de aditivos selecionados de floculante, auxiliar de formação/drenagem (por exemplo, cloreto de poli(acrilamida-co-dialildimetilamônio, Polydadmac®), espessante solúvel em água, amido (por exemplo, amido catiônico), agente de dimensionamento, por exemplo, rosina, dímero de alquilceteno ("AKD"), anidro alquenilsuccínico ("ASA") ou materiais similares e combinações dos mesmos, por exemplo, até cerca de 2% em peso de tais aditivos, ou até cerca de 1% em peso de tais aditivos, ou até cerca de 0,5% em peso de tais aditivos.

[055] Em certas modalidades, constatou-se que a adição de pequenas quantidades de auxiliares de retenção/drenagem, como solução de cloreto de poli(acrilamida-co-dialildimetilamônio) (Polydadmac®), em oposição a quantidades muito maiores usadas na fabricação de papel normal, a quantidade reduzida de auxiliar de retenção fornece floculação em microescala sem impacto negativo

visível na formação do substrato, mas resulta em impactos positivos na remoção de água. Isso resulta em aprimoramentos significativos na velocidade da remoção de água.

[056] Em certas modalidades, o estrato superior consiste em material particulado inorgânico e celulose microfibrilada e, como tal, compreende menos que cerca de 0,25% em peso, por exemplo, menos que cerca de 0,1% em peso, ou é livre de aditivos além do material particulado inorgânico e celulose microfibrilada, isto é, aditivos selecionados dentre floculante, auxiliar de formação/drenagem (por exemplo, solução de cloreto de poli(acrilamida-co-dialildimetilamônio) (Polydadmac®)), espessante solúvel em água, amido (por exemplo, amido catiônico) e combinações dos mesmos.

[057] A celulose microfibrilada pode ser derivada de qualquer fonte adequada.

[058] Em certas modalidades, a celulose microfibrilada tem um d_{50} na faixa de cerca de 5 μm a cerca de 500 μm , como medido por dispersão de luz de laser. Em certas modalidades, a celulose microfibrilada tem um d_{50} igual a ou menor que cerca de 400 μm , por exemplo, igual a ou menor que cerca de 300 μm , ou igual a ou menor que cerca de 200 μm , ou igual a ou menor que cerca de 150 μm , ou igual a ou menor que cerca de 125 μm , ou igual a ou menor que cerca de 100 μm , ou igual a ou menor que cerca de 90 μm , ou igual

a ou menor que cerca de 80 μm , ou igual a ou menor que cerca de 70 μm , ou igual a ou menor que cerca de 60 μm , ou igual a ou menor que cerca de 50 μm , ou igual a ou menor que cerca de 40 μm , ou igual a ou menor que cerca de 30 μm , ou igual a ou menor que cerca de 20 μm , ou igual a ou menor que cerca de 10 μm .

[059] Em certas modalidades, a celulose microfibrilada tem um tamanho de partícula de fibra modal na faixa de cerca de 0,1 a 500 μm . Em certas modalidades, a celulose microfibrilada tem um tamanho de partícula de fibra modal de pelo menos cerca de 0,5 μm , por exemplo pelo menos cerca de 10 μm , ou pelo menos cerca de 50 μm , ou pelo menos cerca de 100 μm , ou pelo menos cerca de 150 μm , ou pelo menos cerca de 200 μm , ou pelo menos cerca de 300 μm ou pelo menos cerca de 400 μm .

[060] Adicional ou alternativamente, a celulose microfibrilada pode ter um declividade de fibra igual a ou maior que cerca de 10, como medido por Malvern. A declividade de fibra (isto é, a declividade da distribuição de tamanho de partícula das fibras) é determinada pela fórmula a seguir:

$$[061] \quad \text{declividade} = 100 \times (d_{30}/d_{70})$$

[062] A celulose microfibrilada pode ter uma declividade de fibra igual a ou menor que cerca de 100. A celulose microfibrilada pode ter uma declividade de fibra igual a ou menor que cerca de 75, ou igual a ou menor que

cerca de 50, ou igual a ou menor que cerca de 40 ou igual a ou menor que cerca de 30. A celulose microfibrilada pode ter uma declividade de fibra de cerca de 20 a cerca de 50, ou de cerca de 25 a cerca de 40, ou de cerca de 25 a cerca de 35 ou de cerca de 30 a cerca de 40.

[063] O material particulado inorgânico pode, por exemplo, ser um sulfato ou carbonato de metal alcalino-terroso, como carbonato de cálcio, carbonato de magnésio, dolomita, gesso, uma argila candita hidratada como caulim, haloisita ou argila esférica, uma argila candita anidro (calcinada) como metacaulim ou caulim completamente calcinado, talco, mica, huntita, hidromagnesita, vidro moído, perlita ou terra diatomácea, ou wollastonita, ou dióxido de titânio, ou hidróxido de magnésio, ou tri-hidrato de alumínio, cal, grafita ou combinações dos mesmos.

[064] Em certas modalidades, o material particulado inorgânico compreende ou é carbonato de cálcio, carbonato de magnésio, dolomita, gesso, uma argila candita anidro, perlita, terra diatomácea, wollastonita, hidróxido de magnésio, ou tri-hidrato de alumínio, dióxido de titânio ou combinações dos mesmos.

[065] Um material particulado inorgânico exemplificador para uso na presente invenção é carbonato de cálcio. Doravante no presente documento, a invenção pode tender a ser discutida em termos de carbonato de cálcio, e

em relação a aspectos em que o carbonato de cálcio é processado e/ou tratado. A invenção não deve ser interpretada como sendo limitada a tais modalidades.

[066] O carbonato de cálcio particulado usado na presente invenção pode ser obtido de uma fonte natural por meio de trituração. O carbonato de cálcio triturado (GCC) é tipicamente obtido por meio do esmagamento e, então, trituração de uma fonte mineral como giz, mármore ou calcário, que pode ser seguida por uma etapa de classificação de tamanho de partícula, a fim de obter um produto que tem o grau de moagem desejado. Outras técnicas como alvejamento, flutuação e separação magnética também podem ser usadas para obter um produto que tem o grau de moagem e/ou cor desejada. O material sólido particulado pode ser triturado de maneira autógena, isto é, por meio do atrito entre as partículas dos próprios materiais sólidos ou, alternativamente, na presença de um meio de trituração de particulados que compreende partículas de um material diferente do carbonato de cálcio a ser triturado. Esses processos podem ser executados com ou a presença de um dispersante e biocidas, que podem ser adicionados em qualquer estágio do processo.

[067] O carbonato de cálcio precipitado (PCC) pode ser usado como a fonte de carbonato de cálcio particulado na presente invenção, e pode ser produzido através de qualquer um dos métodos conhecidos disponíveis na técnica. TAPPI

Monograph Série n° 30, "Paper Coating Pigments", páginas 34 a 35 descreve os três processos em escala comercial principais para preparar carbonato de cálcio precipitado que é adequado para uso no preparo de produtos para uso na indústria do papel, mas 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 primeiro 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 carbonado com gás dióxido de carbono. Esse processo tem a vantagem que nenhum subproduto é formado, e é relativamente fácil de controlar as propriedades e a pureza do produto de carbonato de cálcio. No segundo processo, o leite de cal é colocado em contato com o carbonato de cálcio para produzir, por decomposição dupla, um precipitado de carbonato de cálcio e uma solução de hidróxido de sódio. O hidróxido de sódio pode ser de maneira substancialmente completa separado do carbonato de cálcio se esse processo for usado comercialmente. No terceiro processo comercial principal, o leite de cal é primeiro colocado em contato com cloreto de amônio para render uma solução de cloreto de cálcio e gás de amônia. A solução cloreto de cálcio é, então, colocada em contato com carbonato de cálcio para produzir, por meio de decomposição dupla, precipitado de carbonato de

cálcio e uma solução de cloreto de sódio. Os cristais podem ser produzidos em uma variedade de diferentes formatos e tamanhos, dependendo do processo de reação específico que é usado. As três formas principais de cristais de PCC são aragonita, romboédrico e escalenoédrico (por exemplo, calcita), em que todos são adequados para uso na presente invenção, incluindo misturas dos mesmos.

[068] Em certas modalidades, o PCC pode ser formado durante o processo de produção de celulose microfibrilada.

[069] A trituração a úmido de carbonato de cálcio envolve a formação de uma suspensão aquosa do carbonato de cálcio que pode, então, ser triturado, opcionalmente na presença de um agente dispersante adequado. Pode-se fazer referência ao documento, por exemplo, EP-A-614948 (cujo conteúdo está aqui incorporado a título de referência em sua totalidade) para mais informações referentes a à trituração a úmido de carbonato de cálcio.

[070] Quando o material particulado inorgânico da presente invenção é obtido de fontes de ocorrência natural, pode ser que parte das impurezas minerais contamine o material triturado. Por exemplo, o carbonato de cálcio de ocorrência natural pode estar presente em associação a outros minerais. Dessa forma, em algumas modalidades, o material particulado inorgânico inclui uma quantidade de impurezas. Em geral, entretanto, o material particulado inorgânico

usado na invenção conterá menos que cerca de 5% em peso, ou menos que cerca de 1% em peso, de outras impurezas minerais.

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

[072] Em uma outra modalidade, o material particulado inorgânico tem uma distribuição de tamanho de partícula, como medido com o uso de uma máquina Malvern Mastersizer S, na qual pelo menos cerca de 10% em volume das partículas têm um e.s.d menor que 2 µm, por exemplo, pelo menos cerca de 20% em volume, ou pelo menos cerca de 30% em volume, ou pelo menos 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 95% em volume, ou cerca de 100% das partículas em volume têm um e.s.d menor que 2 µm.

[073] São fornecidos abaixo detalhes do

procedimento usado para caracterizar as distribuições de tamanho de partícula de misturas de material particulado inorgânico e celulose microfibrilada com o uso de uma máquina Malvern Mastersizer S.

[074] Em certas modalidades, o material particulado inorgânico é argila de caulim. Doravante no presente documento, 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. Dessa forma, em algumas modalidades, o caulim é usado em uma forma não processada.

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

[076] A argila de caulim usada na presente invenção pode ser preparada do material de argila de caulim natural em bruto por meio de um ou mais outros processos que são bem conhecido pelos especialistas no assunto, por exemplo, por

etapas de beneficiação ou refinamento conhecidas.

[077] Por exemplo, o mineral de argila pode ser alvejado com um agente alvejante redutivo, como hidrossulfito de sódio. Se for usado hidrossulfito de sódio, o mineral de argila alvejado pode opcionalmente ser desidratado e, opcionalmente, lavado e, novamente, opcionalmente desidratado, após a etapa de alvejamento de hidrossulfito de sódio.

[078] O mineral de argila pode ser tratado para remover impurezas, por exemplo por meio de técnicas de floculação, flutuação ou separação magnética bem conhecidas na técnica. 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.

[079] O processo para preparar a argila de caulim particulada usado na presente invenção também pode incluir uma ou mais etapas de cominuição, por exemplo, trituração ou moagem. A cominuição leve de um caulim bruto é usado para render delaminação adequada do mesmo. A cominuição pode ser executada por meio do uso de microesferas ou grânulos de um plástico (por exemplo, náilon), areia e auxiliar de trituração ou moagem de cerâmica. O caulim bruto pode ser refinado para remover impurezas e aprimorar propriedades físicas com o uso de procedimentos bem conhecidos. A argila de caulim pode ser tratada por meio de um procedimento de

clarificação de tamanho de partícula conhecido, por exemplo, triagem e centrifugação (ou ambos), para obter partículas que têm um valor de d_{50} ou distribuição de tamanho de partícula desejada.

O substrato

[080] O substrato (e a celulose microfibrilada) pode ser derivada de uma polpa contendo celulose, que pode ter sido preparada através de qualquer tratamento químico ou mecânico adequado, ou combinação dos mesmos, que é bem conhecido na técnica. A polpa pode ser derivada de qualquer fonte adequada como madeira, gramas (por exemplo, cana-de-açúcar, bambu) ou trapos (por exemplo, resíduo têxtil, algodão, cânhamo ou linho). A polpa pode ser alvejada de acordo com processos que são bem conhecidos pelos especialistas no assunto e esses processos adequados para uso na presente invenção serão prontamente evidentes. Em certas modalidades, a polpa é não alvejada. A polpa de celulose alvejada ou não alvejada pode ser batida, refinada, ou ambos, a um grau de refino predeterminado (relatado na técnica como Canadian Standard Freeness (CSF) em cm^3). Um estoque adequado é, então, preparado da polpa batida alvejada ou não alvejada.

[081] Em certas modalidades, o substrato compreende ou é derivado de uma polpa Kraft, que é naturalmente (isto é, não alvejada) colorida. Em certas modalidades, o substrato

compreende ou é derivado de polpa Kraft escura, polpa reciclada ou combinações dos mesmos. Em certas modalidades, o substrato compreende ou é derivado de polpa reciclada.

[082] O estoque do qual o substrato é preparado pode conter outros aditivos conhecidos na técnica. Por exemplo, o estoque contém um sistema de retenção de micropartícula ou auxiliar de retenção não iônico, catiônico ou aniônico. Também pode conter um agente de dimensionamento que pode ser, por exemplo, um dímero de alquilceteno de cadeia longa ("AKD"), uma emulsão de cera ou um derivado de ácido succínico, por exemplo, anidro alquenilsuccínico ("ASA"), rosina emulsões de rosina catiônica ou rosina mais alum. O estoque para a composição de substrato também pode conter corante e/ou um agente abrilhantador ótico. O estoque também pode compreender auxiliares de reforço a seco e a úmido como, por exemplo, copolímeros de epicloridrina ou amido.

O produto

[083] Em certas modalidades, o substrato tem uma gramatura que é adequada para uso em ou como um produto de cartão para embalagem, por exemplo, a gramatura na faixa de cerca de 50 g/m² a cerca de 500 g/m². Nessa e em outras modalidades, o estrato superior pode ter uma gramatura na faixa de cerca de 10 g/m² a cerca de 50 g/m², particularmente cerca de 15 g/m² a 40 g/m², e mais particularmente cerca de 20 g/m² a 30 g/m².

[084] Em certas modalidades, o substrato tem uma gramatura de cerca de 75 g/m² a cerca de 400 g/m², por exemplo, de cerca de 100 g/m² a cerca de 375 g/m², ou de cerca de 100 g/m² a cerca de 350 g/m², ou de cerca de 100 g/m² a cerca de 300 g/m², ou de cerca de 100 g/m² a cerca de 275 g/m², ou de cerca de 100 g/m² a cerca de 250 g/m², ou de cerca de 100 g/m² a cerca de 225 g/m² ou de cerca de 100 g/m² a cerca de 200 g/m². Nessa e em outras modalidades, o estrato superior pode ter uma gramatura na faixa de cerca de 15 g/m² a 40 g/m² ou de cerca de 25 g/m² a 35 g/m².

[085] Em certas modalidades, o estrato superior tem uma gramatura que é igual a ou menor que 40 g/m², ou igual a ou menor que cerca de 35 g/m², ou igual a ou menor que cerca de 30 g/m², ou igual a ou menor que 25 g/m², ou igual a ou menor que 22,5 g/m², ou igual a ou menor que 20 g/m², ou igual a ou menor que 18 g/m² ou igual a ou menor que 15 g/m².

[086] Em certas modalidades, o estrato superior tem uma gramatura que é igual a ou menor que 40 g/m², ou igual a ou menor que cerca de 35 g/m², ou igual a ou menor que cerca de 30 g/m², ou igual a ou menor que 25 g/m², ou igual a ou menor que 22.5 g/m², ou igual a ou menor que 20 g/m², ou igual a ou menor que 18 g/m² ou igual a ou menor que 15 g/m².

[087] Vantajosamente, a aplicação de um estrato superior que compreende material particulado inorgânico e celulose microfibrilada permite a fabricação de um produto,

por exemplo, papelão ou cartão para embalagem, que tem uma combinação de propriedades óticas, de superfície e mecânicas desejáveis, que são obteníveis durante a utilização de quantidades relativamente baixas de um estrato superior que tem um alto teor de enchimento, oferecendo, assim, leveza do produto em comparação com configurações convencionais de estrato superior/substrato. Ademais, toda redução nas propriedades mecânicas que podem ocorrer após a aplicação do estrato superior pode ser compensada pelo aumento da gramatura do substrato, que é um material relativamente menos dispendioso.

[088] Portanto, em certas modalidades, o produto tem um ou mais dos seguintes:

[089] (i) um brilho medido (de acordo com a Norma ISO 11475 (F8; D65 - 400 nm)) no estrato superior que é aumentado em comparação com o substrato ausente do estrato superior ou medido no substrato sobre uma superfície oposta ao estrato superior e/ou um brilho medido no estrato superior de pelo menos cerca de 60,0% de acordo com a Norma ISO 11475 (F8; D65 - 400 nm);

[090] (ii) uma rugosidade PPS (a 1.000 kPa) medida no estrato superior de não mais que cerca de 6,0 µm e/ou uma rugosidade PPS (a 1.000 kPa) medida no estrato superior que é pelo menos 2,0 µm menor que a rugosidade PPS do substrato ausente no estrato superior.

[091] Em certas modalidades, um brilho medido no estrato superior é pelo menos cerca de 70,0%, por exemplo, pelo menos cerca de 75,0%, ou pelo menos cerca de 80,0%, ou pelo menos cerca de 81,0%, ou pelo menos cerca de 82,0%, ou pelo menos cerca de 83,0%, ou pelo menos cerca de 84,0%, ou pelo menos cerca de 85,0%. O brilho pode ser medido com o uso de um espectrofotômetro Elrepho.

[092] Em certas modalidades, o produto tem uma rugosidade PPS (a 1.000 kPa) medida no estrato superior menor que cerca de 5,9 μm , por exemplo, menor que cerca de 5,8 μm , ou menor que cerca de 5,7 μm , ou menor que cerca de 5,6 μm ou menor que cerca de 5,5 μm . Em certas modalidades, a rugosidade PPS é de cerca de 5,0 μm a cerca de 6,0 μm , por exemplo, de cerca de 5,2 μm a cerca de 6,0 μm , ou de cerca de 5,2 μm a cerca de 5,8 μm , ou de cerca de 5,2 μm a cerca de 5,6 μm .

[093] Em certas modalidades, o estrato superior tem uma gramatura de cerca de 30 a 50 g/m^2 , um brilho de pelo menos cerca de 65,0% e, opcionalmente, uma rugosidade PPS menor que cerca de 5,6 μm .

[094] Em certas modalidades, o produto compreende uma camada ou estrato adicional, ou camadas ou estratos adicionais, no estrato que compreende pelo menos cerca de 50% em peso de celulose microfibrilada. Por exemplo, uma ou mais camadas ou estratos, ou pelo menos duas camadas ou

estratos adicionais, ou até cerca de cinco camadas ou estratos adicionais, ou até cerca de quatro camadas ou estratos adicionais, ou até cerca de três camadas ou estratos adicionais.

[095] Em certas modalidades, um de, ou pelo menos uma das camadas ou estratos adicionais é uma camada ou estrato de barreira, ou camada ou estrato de cera, ou camada ou estrato de silício, ou uma combinação de duas ou três de tais camadas.

[096] Outro recurso vantajoso dos substratos revestidos com estrato superior revelado que compreendem celulose microfibrilada e material particulado inorgânico é a impressão aprimorada no estrato superior. Um forro de papel branco convencional tipicamente tem uma superfície branca que consiste em um papel branco com teor de enchimento relativamente baixo, tipicamente na faixa de 5 a 15%. Como um resultado, tais forros de papel branco tendem a ser muito ásperos e abertos com uma estrutura porosa grossa. Isso não é ideal para receber tinta de impressão.

[097] A Figura 6 abaixo ilustra os aprimoramentos de impressão concretizados por meio da aplicação do estrato superior da presente invenção que compreende celulose microfibrilada e material particulado orgânico.

[098] Em geral, o uso de tal estrato pode fornecer um produto de embalagem 'mais verde' devido ao fato de que

a baixa porosidade do estrato pode permitir propriedades aprimoradas em aplicações de barreira que permitem revestimentos de cera não reciclável, PE e silício, etc., para serem substituídos por formulações recicláveis, para obter um desempenho geral igual ou aprimorado dos homólogos não recicláveis.

Métodos de fabricação

[099] É fornecido um método de fabricação de um produto de papel. O mesmo compreende:

[100] (a) fornecer uma manta úmida de polpa; e

[101] (b) fornecer uma pasta fluida de estrato superior sobre a manta úmida de polpa.

[102] A pasta fluida de estrato superior (i) é fornecida em uma quantidade na faixa de 15 g/m² a 40 g/m²; e (ii) a pasta fluida de estrato superior compreende uma quantidade suficiente de celulose microfibrilada para obter um produto que tem um estrato superior que compreende pelo menos cerca de 5% em peso de celulose microfibrilada e (iii) a pasta fluida de estrato superior compreende pelo menos cerca de 67% em peso de material particulado inorgânico.

[103] Esse método é um método 'úmido em úmido' que é diferente de métodos convencionais de revestimento de papel nos quais um revestimento aquoso é aplicado a um produto de papel substancialmente seco (isto é, 'úmido em seco').

[104] Em certas modalidades, a pasta fluida

superior é fornecida em uma quantidade na faixa de 15 g/m² a 40 g/m².

[105] Em certas modalidades, a pasta fluida de estrato superior compreende uma quantidade suficiente de celulose microfibrilada para obter um produto que tem as propriedades de resistência necessárias para atender às demandas de uso final. Tipicamente, isso significaria um estrato superior que compreende pelo menos cerca de 5% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total de estrato superior (isto é, o peso seco total do estrato superior do produto de papel).

[106] A pasta fluida de estrato superior pode ser aplicada por meio de qualquer método de aplicação adequado. Em uma modalidade, a pasta fluida de estrato superior é aplicada através de um aplicador de fenda não pressurizado ou pressurizado que tem uma abertura posicionada no topo de um substrato úmido no fio da extremidade úmida de uma máquina de papel. Exemplos de aplicadores conhecidos que podem ser empregados incluem, sem limitação, revestidores de faca de ar, revestidores de lâmina, revestidores de haste, revestidores de barra, revestidores de múltiplas cabeças, revestidores de cilindro, revestidores de cilindro ou lâmina, revestidores de alto brilho, revestidores de laboratório, revestidores de gravura, revestidores do tipo kisscoater, aplicadores aplicadores por matriz com ranhura

(incluindo, por exemplo, revestidores de jato de aplicadores por matriz com ranhura de medição sem contato, sistemas de aplicação de líquidos, revestidores de cilindro reverso, caixa de distribuição, caixa de distribuição secundária, revestidores em cortina, revestidores por aspersão e revestidores por extrusão.

[107] Em certas modalidades, a pasta fluida de estrato superior é aplicada com o uso de um revestidor em cortina. Ademais, em certas modalidades nas quais a pasta fluida de estrato superior é aplicada como camada de forro de papel branco, o uso de um revestidor em cortina pode eliminar a necessidade de uma máquina de papel de caixa de distribuição dupla e os custos e energia associados.

[108] Em certas modalidades, a pasta fluida de estrato superior é aplicada por aspersão, por exemplo, com o uso de um revestidor por aspersão.

[109] O uso de composições com alto teor de sólidos é desejável no método devido ao fato de que deixa menos água para drenagem. Entretanto, como é bem conhecido na técnica, o nível de sólidos não deveria ser tão alto que problemas de alta viscosidade e nivelamento sejam introduzidos.

[110] Os métodos de aplicação podem ser concretizados com o uso de um aplicador adequado como um revestidor de faca de ar, revestidor de lâmina, revestidor de haste, revestidor de barra, revestidor de múltiplas

cabeças, revestidor de cilindro, revestidor de cilindro ou lâmina, revestidor de alto brilho, revestidor de laboratório, revestidor de gravura, revestidor do tipo kisscoater, aplicador de matriz com ranhura (incluindo, por exemplo, um aplicador de matriz com ranhura de medição sem contato e um aplicador com ranhura não pressurizado ou pressurizado), revestidor a jato, sistema de aplicação de líquido, revestidor de cilindro reverso, caixa de distribuição, caixa de distribuição secundária, revestidor em cortina, revestidor por aspersão ou um revestidor por extrusão, para aplicar a pasta fluida de estrato superior ao substrato.

[111] Em uma modalidade, a pasta fluida de estrato superior é aplicada como revestimento ao substrato por uma passagem de ranhura não pressurizada ou pressurizada no topo do substrato úmido no fio da extremidade úmida de uma máquina de papel, por exemplo, uma máquina Fourdrinier.

[112] Em certas modalidades, a manta úmida de polpa compreende mais que cerca de 50% em peso de água, com base no peso total da manta úmida de polpa, por exemplo, pelo menos cerca de 60% em peso, ou pelo menos cerca de 70% em peso, ou pelo menos cerca de 80% em peso, ou pelo menos cerca de 90% em peso de água, com base no peso total da manta úmida de polpa. Tipicamente, a manta úmida de polpa compreende cerca de 85 a 95% em peso de água.

[113] Em certas modalidades, a pasta fluida de estrato superior compreende material particulado inorgânico e uma quantidade suficiente de celulose microfibrilada para obter um produto de papel que tem um estrato superior que compreende pelo menos cerca de 5% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior e de modo que o produto de papel tenha celulose microfibrilada suficiente para obter um produto de papel com as propriedades de resistência necessárias para sua aplicação de uso final. Em certas modalidades, a pasta fluida de estrato superior compreende uma quantidade suficiente de material particulado inorgânico para obter um produto de papel que tem um estrato superior que compreende pelo menos cerca de 67% em peso de material particulado inorgânico, com base no peso total do estrato superior do produto de papel. Em tais modalidades, o objetivo é incorporar a menor quantidade de celulose microfibrilada com a maior quantidade de material particulado inorgânico possível sobre a superfície do material de substrato como uma camada superior. Conseqüentemente, são preferenciais razões de 4:1 ou mais entre material particulado inorgânico e celulose microfibrilada no estrato superior.

[114] Em certas modalidades, a pasta fluida de estrato superior tem um teor de sólidos totais de até cerca de 20% em peso, por exemplo, até cerca de 15% em peso, ou

até 12% em peso, ou até cerca de 10% em peso, ou de cerca de 1% em peso a cerca de 10% em peso, ou de cerca de 2% em peso a 12% em peso, ou de cerca de 5% em peso a cerca de 10% em peso, ou de cerca de 1% em peso a cerca de 20% em peso, ou de cerca de 2% em peso a cerca de 12% em peso. As quantidades relativas de material particulado inorgânico e celulose microfibrilada podem ser variadas dependendo da quantidade de cada componente exigida no produto final.

[115] Após a aplicação da pasta fluida de estrato superior e tempo de permanência apropriado, o produto de papel é prensado e seco com o uso de qualquer método adequado.

Métodos de fabricação de celulose microfibrilada e material particulado inorgânico

[116] Em certas modalidades, a celulose microfibrilada pode ser preparada na presença de ou na ausência do material particulado inorgânico.

[117] A celulose microfibrilada é derivada de substrato fibroso que compreende celulose. 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, resíduo têxtil, 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 através de qualquer método adequado ou tratamento mecânico, ou combinação dos mesmos. Por exemplo, a polpa pode ser uma polpa química, ou uma química-termomecânica, ou uma polpa mecânica, ou uma polpa reciclada, ou um apara de fábrica de papel, ou uma corrente de resíduo de fábrica de papel, ou resíduo de uma fábrica de papel, ou uma polpa de dissolução, polpa de kenaf, polpa de mercado, polpa parcialmente carboximetilada, polpa de abacá, polpa de cicuta, polpa de bétula, polpa de gramínea, polpa de bambu, polpa de palma, casca de amendoim, 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 grau de refino predeterminado, relatado na técnica como Canadian standard freeness (CSF) em cm^3 . CSF significa um valor para o grau de refino ou taxa de drenagem de polpa medida pela taxa em que uma suspensão de polpa pode ser drenada. Por exemplo, a polpa de celulose pode ter um grau de refino de cerca padrão Canadian de 10 cm^3 ou mais antes de ser microfibrilada. A polpa de celulose pode ter um CSF de cerca de 700 cm^3 ou menos, por exemplo, igual a ou menor que cerca de 650 cm^3 , ou igual a ou menor que cerca de 600 cm^3 , ou igual a ou menor que cerca de 550 cm^3 , ou igual a ou menor que cerca de 500 cm^3 , ou igual a ou menor que cerca de 450 cm^3 , ou igual a ou menor que cerca de 400 cm^3 , ou igual

a ou menor que cerca de 350 cm³, ou igual a ou menor que cerca de 300 cm³, ou igual a ou menor que cerca de 250 cm³, ou igual a ou menor que cerca de 200 cm³, ou igual a ou menor que cerca de 150 cm³, ou igual a ou menor que cerca de 100 cm³, ou igual a ou menor que cerca de 50 cm³.

[118] A polpa de celulose pode, então, ser desidratada por métodos bem conhecidos na técnica, por exemplo, a polpa pode ser filtrada através de uma peneira a fim de 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, ou seja, sem ser batida ou desidratada, ou de outro modo refinada.

[119] Em certas modalidades, a polpa pode ser batida na presença de um material particulado inorgânico, como carbonato de cálcio.

[120] Para a preparação de celulose microfibrilada, o substrato fibroso que compreende celulose pode ser adicionado a um recipiente de trituração ou homogeneizador em um estado seco. Por exemplo, uma apara de papel seco pode ser adicionada diretamente a um recipiente triturador. O ambiente aquoso no recipiente triturador facilitará, então, a formação de uma polpa.

[121] A etapa de microfibrilação pode ser executada em qualquer aparelho adequado, incluindo, sem limitação, um refinador. Em uma modalidade, a etapa de microfibrilação é conduzida em um recipiente de trituração sob condições de trituração a úmido. Em uma outra modalidade, a etapa de microfibrilação é executada em um homogeneizador. Cada uma destas modalidades é descrita em maiores detalhes abaixo.

[122] • trituração a úmido

[123] A trituração é adequadamente realizada de maneira convencional. A trituração pode ser um processo de trituração por atrito na presença de um meio de trituração de particulados, ou pode ser um processo de trituração autógeno, isto é, um na ausência de um meio de trituração. Entende-se por meio de trituração um meio além do material particulado inorgânico que, em certas modalidades, pode ser cotriturado com o substrato fibroso que compreende celulose.

[124] O meio de trituração de particulados, quando presente, pode ser de um material natural ou sintético. O meio de trituração pode, por exemplo, compreender esferas, microesferas ou péletes de qualquer mineral duro, cerâmica ou material metálico. Tais materiais podem incluir, por exemplo, alumina, zircônia, silicato de zircônio, silicato de alumínio ou o material rico em mulita que é produzido por meio da calcinação de argila caolinítica a uma temperatura na faixa de cerca de 1.300 °C a cerca de 1.800 °C. Por

exemplo, em algumas modalidades, é usado um meio de trituração de Carbolite®. Alternativamente, podem ser usadas partículas de areia natural de um tamanho de partícula adequado.

[125] Em outras modalidades, pode ser usado meio de trituração de madeira dura (por exemplo, farinha de madeira).

[126] De modo geral, o tipo de e o tamanho de partícula do meio de trituração a ser selecionado para uso na invenção podem ser dependentes das propriedades como, por exemplo, o tamanho de partícula, e a composição química, da suspensão de alimentação de material a ser triturado. Em algumas modalidades, o meio de trituração de particulados compreende partículas que têm um diâmetro médio na faixa de cerca de 0,1 mm a cerca de 6,0 mm, por exemplo, na faixa de cerca de 0,2 mm a cerca de 4,0 mm. O meio de trituração (ou meios) pode estar presente em uma quantidade de até cerca de 70% em volume da carga. Os meios de trituração podem estar presentes em uma quantidade de pelo menos cerca de 10% em volume da carga, por exemplo, pelo menos cerca de 2,0% em volume da carga, ou pelo menos cerca de 30% em volume da carga, ou pelo menos cerca de 4,0% em volume da carga, ou pelo menos cerca de 50% em volume da carga, ou pelo menos cerca de 6,0% em volume da carga.

[127] A trituração pode ser executada em um ou mais estágios. Por exemplo, um material particulado inorgânico

bruto pode ser triturado no recipiente triturador a um distribuição de tamanho de partícula predeterminado, após a qual o material fibroso que compreende celulose é adicionado e a trituração continuou até que fosse obtido o nível desejado de microfibrilação.

[128] O material particulado inorgânico pode ser triturado a úmido ou a seco na ausência ou na presença de um meio de trituração. No caso de um estágio de trituração a úmido, o material particulado inorgânico bruto é triturado em uma suspensão aquosa na presença de um meio de trituração.

[129] Em uma modalidade, o tamanho médio de partícula (d_{50}) do material particulado inorgânico é reduzido durante o processo de cotrituração. Por exemplo, o d_{50} do material particulado inorgânico pode ser reduzido em pelo menos cerca de 10% (como medido por 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 cotrituração e um d_{50} de 1,5 μm após a cotrituração terá sido submetido a uma redução de 40% no tamanho de

partícula.

[130] Em certas modalidades, o tamanho médio de partícula do material particulado inorgânico não é significativamente reduzido durante o processo de cotrituração. Entende-se por 'não significativamente reduzido' que o d_{50} do material particulado inorgânico é reduzido em menos que cerca de 10%, por exemplo, o d_{50} do material particulado inorgânico é reduzido em menos que cerca de 5%.

[131] O substrato fibroso que compreende celulose pode ser microfibrilado, opcionalmente na presença de um material particulado inorgânico, para obter celulose microfibrilada que tem um d_{50} na faixa de cerca de 5 μm a cerca de 500 μm , como medido por dispersão de luz de laser. O substrato fibroso que compreende celulose pode ser microfibrilado, opcionalmente na presença de um material particulado inorgânico, para obter celulose microfibrilada que tem um d_{50} igual a ou menor que cerca de 400 μm , por exemplo, igual a ou menor que cerca de 300 μm , ou igual a ou menor que cerca de 200 μm , ou igual a ou menor que cerca de 150 μm , ou igual a ou menor que cerca de 125 μm , ou igual a ou menor que cerca de 100 μm , ou igual a ou menor que cerca de 90 μm , ou igual a ou menor que cerca de 80 μm , ou igual a ou menor que cerca de 70 μm , ou igual a ou menor que cerca de 60 μm , ou igual a ou menor que cerca de 50 μm , ou igual

a ou menor que cerca de 40 μm , ou igual a ou menor que cerca de 30 μm , ou igual a ou menor que cerca de 20 μm , ou igual a ou menor que cerca de 10 μm .

[132] O substrato fibroso que compreende celulose pode ser microfibrilado, opcionalmente na presença de um material particulado inorgânico, para obter celulose microfibrilada que tem um tamanho de partícula de fibra modal na faixa de cerca de 0,1 a 500 μm e um tamanho de partícula de material particulado inorgânico modal na faixa de 0,25 a 20 μm . O substrato fibroso que compreende celulose pode ser microfibrilado, opcionalmente na presença de um material particulado inorgânico para obter celulose microfibrilada que tem um tamanho de partícula de fibra modal de pelo menos cerca de 0,5 μm , por exemplo, pelo menos cerca de 10 μm , ou pelo menos cerca de 50 μm , ou pelo menos cerca de 100 μm , ou pelo menos cerca de 150 μm , ou pelo menos cerca de 200 μm , ou pelo menos cerca de 300 μm , ou pelo menos cerca de 400 μm .

[133] O substrato fibroso que compreende celulose pode ser microfibrilado, opcionalmente na presença de um material particulado inorgânico, para obter celulose microfibrilada que tem uma declividade de fibra, como descrito acima.

[134] A trituração pode ser realizada em um recipiente de trituração, como uma moinho de tambor (por

exemplo, cilindro, esfera e autógeno), um moinho agitado (por exemplo, Moinho SAM ou Isa), um moinho de torre, um destruidor de meio agitado (SMD), ou um recipiente de trituração que compreende placas de trituração paralelas giratórias entre as quais a alimentação a ser triturada é alimentada.

[135] Em uma modalidade, o recipiente de trituração é um moinho de torre. O moinho de torre pode compreender uma zona quiescente acima de uma ou mais zonas de trituração. Uma zona quiescente é uma região situada na direção do topo do interior de um moinho de torre no qual ocorre mínima trituração ou nenhuma trituração e compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional. A zona quiescente é uma região na qual partículas do meio de trituração se sedimentam na uma ou mais zonas de trituração do moinho de torre.

[136] O moinho de torre pode compreender um classificador acima de uma ou mais zonas de trituração. Em uma modalidade, o classificador é montado no topo e situado adjacente a uma zona quiescente. O classificador pode ser um hidrociclone.

[137] O moinho de torre pode compreender uma peneira acima de uma ou mais zonas de trituração. Em uma modalidade, uma peneira está situada adjacente a uma zona quiescente e/ou um classificador. A peneira pode ser dimensionada para

separar meios de trituração da suspensão aquosa de produto que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional e para acentuar a sedimentação de meios de trituração.

[138] Em uma modalidade, a trituração é realizada sob condições de fluxo em pistão. Sob condições de fluxo em pistão, o fluxo através da torre é tal que haja mistura limitada dos materiais de trituração através da torre. Isto significa que, em diferentes pontos ao longo do comprimento do moinho de torre, a viscosidade do ambiente aquoso variará conforme a finura da celulose microfibrilada aumenta. Dessa forma, de fato, pode ser considerado que a região de trituração no moinho de torre compreende uma ou mais zonas de trituração que têm uma viscosidade característica. Um especialista no assunto entenderá que não existe limites acentuados entre zonas de trituração adjacentes em relação à viscosidade.

[139] Em uma modalidade, adiciona-se água ao topo do moinho próximo à zona quiescente ou ao classificador ou à peneira acima de uma ou mais zonas de trituração para reduzir a viscosidade da suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional naquelas zonas no moinho. Por meio da diluição do produto celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional nesse ponto no moinho, foi constatado

que a prevenção do transporte de meios de trituração para a zona quiescente e/ou o classificador e/ou a peneira é aprimorada. Ademais, a mistura limitada através de torre permite o processamento em teor de sólidos mais elevados abaixo da torre e diluição no topo com fluxo retorno limitado da água de diluição de volta para a torre em uma ou mais zonas de trituração. Pode ser adicionada qualquer quantidade adequada de água que é eficaz para diluir a viscosidade da suspensão aquosa de produto que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional. A água pode ser adicionada de maneira contínua durante o processo de trituração, ou em intervalos regulares, ou em intervalos irregulares.

[140] Em uma outra modalidade, pode ser adicionada água a uma ou mais zonas de trituração através de um ou mais pontos de injeção de água posicionados ao longo do comprimento do moinho de torre, ou cada ponto de injeção de água que está situado em uma posição que corresponde a uma ou mais zonas de trituração. Vantajosamente, a capacidade de adicionar água em vários pontos ao longo da torre permite ajuste adicional das condições de trituração em qualquer uma ou em todas as posições ao longo do moinho.

[141] O moinho de torre pode compreender um eixo propulsor vertical equipado com uma série de discos de rotor propulsor ao longo de seu comprimento. A ação dos discos de

rotor propulsor cria uma série de zonas de trituração discretas ao longo do moinho.

[142] Em uma outra modalidade, a trituração é realizada em um triturado com peneira, como um destruidor de meio agitado. O triturador com peneira pode compreender um ou mais peneiras que têm um tamanho de abertura nominal de pelo menos cerca de 250 μm , por exemplo, em que a ou mais peneiras podem ter um tamanho de abertura nominal de pelo menos cerca de 300 μm , ou pelo menos cerca de 350 μm , ou pelo menos cerca de 400 μm , ou pelo menos cerca de 450 μm , ou pelo menos cerca de 500 μm , ou pelo menos cerca de 550 μm , ou pelo menos cerca de 600 μm , ou pelo menos cerca de 650 μm , ou pelo menos cerca de 700 μm , ou pelo menos cerca de 750 μm , ou pelo menos cerca de 800 μm , ou pelo menos cerca de 850 μm , ou pelo menos cerca de 900 μm , ou pelo menos cerca de 1000 μm .

[143] Os tamanhos de peneira observados imediatamente acima são aplicáveis às modalidades de moinho de torre descritas acima.

[144] Como apontado acima, a trituração pode ser realizada na presença de um meio de trituração. Em uma modalidade, o meio de trituração é um meio áspero que compreende partículas que têm um diâmetro médio na faixa de cerca de 1 mm a cerca de 6 mm, por exemplo, cerca de 2 mm, ou cerca de 3 mm, ou cerca de 4 mm, ou cerca de 5 mm.

[145] Em uma outra modalidade, os meios de trituração têm 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.

[146] Em uma outra modalidade, os meios de trituração compreendem partículas que têm um diâmetro médio na faixa de cerca de 1 mm a cerca de 6 mm e têm uma gravidade específica de pelo menos cerca de 2,5.

[147] Em uma outra modalidade, os meios de trituração compreendem partículas que têm um diâmetro médio de cerca de 3 mm e gravidade específica de cerca de 2,7.

[148] Como descrito acima, o meio de trituração (ou meios) pode se apresentar em uma quantidade de até cerca de 70% em volume da carga. Os meios de trituração podem estar presentes em uma quantidade de pelo menos cerca de 10% em volume da carga, por exemplo, pelo menos cerca de 2,0% em volume da carga, ou pelo menos cerca de 30% em volume da carga, ou pelo menos cerca de 4,0% em volume da carga, ou pelo menos cerca de 50% em volume da carga, ou pelo menos cerca de 6,0% em volume da carga.

[149] Em uma modalidade, o meio de trituração está presente em uma quantidade de cerca de 50% em volume da carga.

[150] O termo 'carga' destina-se a ser a composição que é alimentada para o recipiente triturador. A carga inclui água, meios de trituração, substrato fibroso que compreende celulose e material particulado inorgânico opcional, e quaisquer outros aditivos opcionais como descrito no presente documento.

[151] O uso de um meio relativamente bruto e/ou denso tem a vantagem de taxas de sedimentação aprimoradas (isto é, mais rápidas) e transporte de meio reduzido através da zona quiescente e/ou classificador e/ou peneira (ou peneiras).

[152] Uma vantagem adicional no uso de meios de trituração relativamente brutos é que o tamanho médio de partícula (d_{50}) do material particulado inorgânico pode não ser significativamente reduzido durante o processo de trituração de modo que a energia conferida ao sistema de trituração seja principalmente gasta na microfibrilação do substrato fibroso que compreende celulose.

[153] Uma vantagem adicional no uso de peneiras relativamente grossas é que um meio de trituração relativamente grosso ou denso pode ser usado na etapa de microfibrilação. Além disso, o uso de peneiras relativamente grossas (isto é, que têm uma abertura nominal de pelo menos cerca de 250 μm) permite que um produto com teor de sólidos relativamente alto seja processado e removido do triturador,

o que permite que uma alimentação de sólidos relativamente alta (que compreende substrato fibroso que compreende celulose e material particulado inorgânico) seja processada em um processo economicamente viável. Como discutido abaixo, verificou-se que uma alimentação com um elevado teor inicial de sólidos é desejável em termos de suficiência energética. Ademais, também foi constatado que o produto produzido (a uma dada energia) a um nível inferior de sólidos tem uma distribuição de tamanho de partícula mais grossa.

[154] A trituração pode ser realizada em uma cascata de recipientes de trituração, em que um ou mais dos mesmos podem compreender uma ou mais zonas de trituração. Por exemplo, o substrato fibroso que compreende celulose e o material particulado inorgânico pode ser triturado em uma cascata de dois ou mais recipientes de trituração, por exemplo, uma cascata de três ou mais recipientes de trituração, ou uma cascata de quatro ou mais recipientes de trituração, ou uma cascata de cinco ou mais recipientes de trituração, ou uma cascata de seis ou mais recipientes de trituração, ou uma cascata de sete ou mais recipientes de trituração, ou uma cascata de oito ou mais recipientes de trituração, ou uma cascata de nove ou mais recipientes de trituração em série, ou uma cascata que compreende até dez recipientes de trituração. A cascata de recipientes de trituração pode ser operacionalmente ligada em série ou

paralelo ou uma combinação em série ou paralelo. A saída de e/ou a entrada em um ou mais dos recipientes de trituração na cascata pode ser submetida a uma ou mais etapas de peneiramento e/ou uma ou mais etapas de classificação.

[155] O circuito pode compreender uma combinação de um ou mais recipientes de trituração e homogeneizador.

[156] Em uma modalidade, a trituração é realizada em um circuito fechado. Em uma outra modalidade, a trituração é realizada em um circuito aberto. A trituração pode ser realizada em modo em batelada. A trituração pode ser realizada em um modo em batelada de recirculação.

[157] Como descrito acima, o circuito de trituração pode incluir uma etapa de pré-trituração na qual um particulado inorgânico grosso triturado em um recipiente triturador a uma distribuição de tamanho de partícula predeterminada, após a qual o material fibroso que compreende celulose é combinado com o material particulado inorgânico pré-triturado e a trituração continuou no mesmo ou em um recipiente de trituração diferente até que o nível desejado de microfibrilação fosse obtido.

[158] Como a suspensão de material a ser triturado pode ser de uma viscosidade relativamente alta, um agente dispersante adequado pode ser adicionado à suspensão antes da trituração. O agente dispersante pode ser, por exemplo, um fosfato condensando solúvel em água, ácido polissilícico

ou um sal do mesmo, ou um polieletrólito, por exemplo, um sal solúvel em água de um ácido poli(acrílico) ou de um ácido poli(metacrílico) que tem um peso molecular numérico médio não maior que 80.000. A quantidade de agente dispersante usado estaria geralmente na faixa de 0,1 a 2,0% em peso, com base no peso do material sólido particulado inorgânico seco. A suspensão pode adequadamente ser triturada a uma temperatura na faixa de 4 °C a 100 °C.

[159] 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-oxila (TEMPO), derivados de TEMP, e enzimas de degradação de madeira.

[160] O pH da suspensão de material a ser triturado pode ser cerca de 7 ou maior que cerca de 7 (isto é, básico), por exemplo, o pH da suspensão pode ser cerca de 8, ou cerca de 9, ou cerca de 10, ou cerca de 11. O pH da suspensão de material a ser triturado pode ser menor que cerca de 7 (isto é, ácido), por exemplo, o pH da suspensão pode ser cerca de 6, ou cerca de 5, ou cerca de 4, ou cerca de 3. O pH da suspensão de material a ser triturado pode ser ajustado pela adição de uma quantidade apropriada de ácido ou base. Bases adequadas incluem hidróxidos de metal alcalino como, por exemplo, NaOH. Outras bases adequadas são carbonato de sódio e amônia. Ácidos adequados incluem ácidos inorgânicos, como

ácido clorídrico e sulfúrico, ou ácidos orgânicos. Um ácido exemplificador é o ácido ortofosfórico.

[161] A quantidade de material particulado inorgânico, quando presente, e polpa de celulose na mistura a ser cotriturada pode ser variada a fim de produzir uma pasta fluida que é adequada para uso como a pasta fluida de estrato superior, ou pasta fluida de estrato, ou que pode ser adicionalmente modificada, por exemplo, com adição de material particulado inorgânico adicional, para produzir uma pasta fluida que é adequada para uso como a pasta fluida de estrato superior, ou pasta fluida de estrato.

[162] • homogeneização

[163] A microfibrilação do substrato fibroso que compreende celulose pode ser efetuada sob condições úmidas, opcionalmente, na presença do material particulado inorgânico, por um método no qual a mistura de polpa de celulose e material particulado inorgânico opcional é pressurizada (por exemplo, a uma pressão de cerca de 50 MPa (500 bar)) e, então, passada para uma zona de pressão mais baixa. A taxa na qual a mistura é passada para a zona de pressão baixa é suficientemente alta e a pressão da zona de pressão baixa é suficientemente baixa de modo a ocasionar microfibrilação das fibras de celulose. Por exemplo, a queda de pressão pode ser efetuada forçando a mistura através de uma abertura anular que tem um orifício de entrada estreito

com um orifício de saída muito mais largo. A diminuição drástica na pressão conforme a mistura acelera para um volume maior (isto é, uma zona de pressão mais baixa) induz cavitação, que ocasiona microfibrilação. Em uma modalidade, a microfibrilação do substrato fibroso que compreende celulose pode ser efetuada em um homogeneizador sob condições úmidas, opcionalmente na presença do material particulado inorgânico. No homogeneizador, a polpa de celulose e material particulado inorgânico opcional é pressurizada (por exemplo, a uma pressão de cerca de 50 MPa (500 bar)), e forçada através de um pequeno bocal ou orifício. A mistura pode ser pressurizada a uma pressão de cerca de 10 (100) a cerca de 100 MPa (1.000 bar), por exemplo, a uma pressão igual a ou maior que 30 MPa (300 bar), ou igual a ou maior que cerca de 50 MPa (500 bar), ou igual a ou maior que cerca de 20 MPa (200 bar), ou igual a ou maior que cerca de 70 MPa (700 bar). A homogeneização submete as fibras a forças de alto cisalhamento de modo que a polpa de celulose pressurizada saia do bocal ou orifício, a cavitação ocasione microfibrilação das fibras de celulose na polpa. Pode ser adicionada água adicional para aprimorar a fluidez da suspensão através do homogeneizador. A suspensão aquosa resultante que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional pode ser alimentada de volta para a entrada do homogeneizador por múltiplas passagens

através do homogeneizador. Quando presente, e quando o material particulado inorgânico é um mineral naturalmente folheado, como caulim, a homogeneização não apenas facilita a microfibrilação da polpa de celulose, mas também pode facilitar a delaminação do material particulado folheado.

[164] Um homogeneizador exemplificador é um homogeneizador Manton Gaulin (APV).

[165] Após a etapa de microfibrilação ter sido executada, a suspensão aquosa que compreende celulose microfibrilada e material particulado inorgânico opcional pode ser peneirada para remover fibra acima de um certo tamanho e remover qualquer meio de trituração. Por exemplo, a suspensão pode ser submetida a peneiramento com o uso de uma tela que tem um tamanho de abertura nominal selecionado a fim de remover fibras que não passam através da tela. O tamanho de abertura nominal significa a separação central nominal de lados opostos de uma abertura quadrada ou o diâmetro nominal de uma abertura redonda. A tela pode ser uma tela BSS (de acordo com BS 1796) que tem um tamanho de abertura nominal de 150µm, por exemplo, um tamanho de abertura nominal de 125 µm , ou 106 µm, ou 90 µm, ou 74 µm, ou 63 µm, ou 53 µm, 45 µm ou 38 µm. Em uma modalidade, a suspensão aquosa é peneirada com o uso de uma tela BSS que tem uma abertura nominal de 125 µm. A suspensão aquosa pode, então, ser opcionalmente desidratada.

[166] Será entendido, portanto, que a quantidade (isto é, percentual em peso) de celulose microfibrilada na suspensão aquosa após a trituração ou homogeneização pode ser menor que a quantidade de fibra seca na polpa se a suspensão triturada ou homogeneizada é tratada para remover fibras acima de um tamanho selecionado. Dessa forma, as quantidades relativas de polpa e material particulado inorgânico opcional alimentados para o triturador ou homogeneizador podem ser ajustadas dependendo da quantidade de celulose microfibrilada que é necessária na suspensão aquosa após as fibras acima de um tamanho selecionado serem removidas.

[167] Em certas modalidades, a celulose microfibrilada pode ser preparada por um método que compreende uma etapa de microfibrilação do substrato fibroso que compreende celulose em um ambiente aquoso por meio da trituração na presença de um meio de trituração (como descrito no presente documento), em que a trituração é executada na ausência de material particulado inorgânico. Em certas modalidades, o material particulado inorgânico pode ser adicionado após a trituração para produzir a pasta fluida de estrato superior, ou pasta fluida de estrato.

[168] Em certas modalidades, o meio de trituração é removido após a trituração.

[169] Em outras modalidades, o meio de trituração é

retido após a trituração e pode servir como o material particulado inorgânico, ou pelo menos uma porção do mesmo. Em certas modalidades, pode ser adicionado particulado inorgânico adicional após a trituração para produzir a pasta fluida de estrato superior, ou pasta fluida de estrato.

[170] O seguinte procedimento pode ser usado para caracterizar as distribuições de tamanho de partícula de misturas de material particulado inorgânico (por exemplo, GCC ou caulim) e fibras de polpa de celulose microfibrilada.

[171] - carbonato de cálcio

[172] Uma amostra de pasta fluida cotriturada suficiente para render 3 g de material seco é pesada em um béquer, diluída para 60 g com água desionizada, e misturada com 5 cm³ de uma solução de poliacrilato de sódio de 1,5% em p/v ativo. Ademais, é adicionada água desionizada com agitação a um peso de pasta fluida final de 80 g.

[173] - caulim

[174] Uma amostra de pasta fluida cotriturada suficiente para render 5 g de material seco é pesada em um béquer, diluída para 60 g com água desionizada, e misturada com 5 cm³ de uma solução de 1,0% em peso de carbonato de sódio e 0,5% em peso de hexametáfosfato de sódio. Ademais, é adicionada água desionizada com agitação a um peso de pasta fluida final de 80 g.

[175] A pasta fluida é, então, adicionada em

alíquotas de 1 cm³ à água na unidade de preparação de amostra fixada a Mastersizer S até que fosse exibido o nível ideal de obscuração (normalmente 10 a 15%). O procedimento de análise de dispersão de luz é, então, executado. A faixa de instrumento selecionada foi 300RF : 0,05 a 900, e o comprimento de feixe definido em 2,4 mm.

[176] Para amostras cotrituradas contendo carbonato de cálcio e fibra, é usado o índice de refração para carbonato de cálcio (1.596). Para amostras cotrituradas de caulim e fibra, é usado o RI para caulim (1.5295).

[177] A distribuição de tamanho de partícula é calculada a partir da teoria de Mie e rende o resultado como uma distribuição baseada no volume diferencial. A presença de dois picos distintos é interpretada como proveniente do mineral (pico mais fino) e da fibra (pico mais grosso).

[178] O pico de mineral mais fino é ajustado aos pontos de dados medidos e subtraído matematicamente da distribuição para deixar o pico de fibra, que é convertido em uma distribuição cumulativa. De modo similar, o pico da fibra é subtraído matematicamente da distribuição original para deixar o pico de mineral, que também é convertido em uma distribuição cumulativa. Ambas essas curvas cumulativas podem, então, ser usadas para calcular o tamanho médio de partícula (d_{50}) e a declividade da distribuição ($d_{30}/d_{70} \times 100$). A curva diferencial pode ser usada para encontrar o

tamanho de partícula modal tanto para as frações de mineral como de fibra.

Exemplos

Exemplo 1

[179] 1. Uma folha marrom de 150 g/m² foi produzida em uma formadora de folheto. Foi usado Percol (RTM) 292 como auxiliar de retenção a 600 ppm com base nos sólidos totais dos folhetos finais.

[180] 2. Uma vez que a folha marrom foi formada, parte da água retida foi removida por meio da prensagem manual da folha com três papéis com mata-borrão. Não foi observada adesão entre os mata-borrões e a folha.

[181] 3. A folha de base marrom foi, então, virada de cabeça para baixo a fim de que o lado mais liso da mesma ficasse para cima.

[182] 4. Uma quantidade específica de Polpa Kraft Alvejada e Botnia Pine microfibrilada e carbonato de cálcio (Intracarb 60) em teor de sólidos totais de 7,88% em peso (18% de celulose microfibrilada) foi medida a fim de obter a gramatura desejada para a camada de papel branco (as folhas foram preparadas a 20 g/m², 25 g/m², 30 g/m², 40 g/m² e 50 g/m²). A amostra de celulose microfibrilada/carbonato de cálcio foi, então, diluída para um volume final de 300 ml com o uso de água da torneira.

[183] 5. A amostra foi vertida na folha marrom e

foi aplicado vácuo. Foi usado Polydadmac (1 ml de uma solução a 0,2%) para auxiliar na formação da camada de papel branco.

[184] 6. A água descartada foi, então, coletada e adicionada de volta à folha formada, quando o vácuo foi aplicado por 1 minuto.

[185] 7. A folha de dois estratos foi transferida para o secador Rapid Kothern (~89 °C, 0,1 MPa (1 bar)) por 15 minutos.

[186] 8. A amostra que permaneceu na água residual (veja a etapa 6) foi coletada em um papel de filtro e usada para calcular a gramatura real da camada de papel branco para cada folha individual.

[187] 9. Cada folha foi, então, deixada de um dia para o outro em um laboratório condicionado antes do teste.

[188] Resultados:

[189] A formação das folhas produzidas à gramatura variável é mostrada na Figura 1. As fotos foram obtidas com varredura por reflectância com o uso de um equipamento de varredura regular sob as mesmas condições de modo que as mesmas pudessem ser diretamente comparadas entre si.

[190] O brilho das folhas produzidas é mostrado na Figura 2. O brilho aumentou com a g/m² crescente do forro de papel branco. A medição de brilho do lado marrom das folhas de dois estratos indicou que não ocorreu nenhuma penetração da camada de papel branco através da folha marrom.

[191] A rugosidade PPS diminuiu com gramaturas mais elevadas da camada de papel branco (consulte a Figura 3). O valor de rugosidade para a folha marrom sozinha foi 7,9 μm . Isso mostra que a superfície fica mais lisa com gramatura aumentada da camada superior.

Exemplo 2

Testes 1 a 4

[192] A máquina Fourdrinier foi operada a 18 m/min (60 pés/min). Uma 'caixa de distribuição secundária' foi usada para aplicar o revestimento. Esse era um dispositivo personalizado no qual o suprimento flui em uma série de 'tanques' e, então, em um açude e sobre a manta. A caixa de distribuição secundária personalizada não exige uma taxa de fluxo tão elevada quanto um GL& V Hydrasizer a fim de formar uma cortina e, assim, era possível aumentar os sólidos de celulose microfibrilada e material particulado inorgânico usados e ainda alcançar os pesos-alvo de revestimento. Trabalhar com teor mais alto de sólidos significa que a caixa de distribuição secundária poderia ser posicionada distante da caixa de distribuição principal, em uma posição em que a folha estava mais consolidada e, ainda, a pasta fluida de celulose microfibrilada e material particulado inorgânico aplicada como um estrato superior ainda poderia ser adequadamente desidratada antes da prensa.

[193] Com a caixa de distribuição secundária no

lugar, foi aplicada uma distância curta após alinha a úmido, a uma razão de 1:1 de celulose microfibrilada e material particulado orgânico, ser aplicada a fim de explorar os limites do processo. Ficou evidente que a razão de 1:1 entre celulose microfibrilada e pasta fluida de material particulado orgânico drenou mais rápido do que a razão de 1:4 de celulose microfibrilada e material particulado orgânico, embora a gramatura da celulose microfibrilada sendo aplicada ao substrato tenha sido maior. O revestimento foi aplicado inicialmente a 15 g/m², então gradualmente aumentado para 30 g/m² sem problemas. Embora a cobertura tenha sido boa, a uma razão de 1:1 entre celulose microfibrilada e material particulado orgânico, o teor de enchimento não era alto o suficiente para render o brilho desejado.

[194] O cálculo da camada superior g/m² a partir do peso de folha e teor de cinzas foi realizado do seguinte modo.

[195] W=peso, A=teor de cinzas

[196] Subscritos t=camada superior, b=camada de fundo, s= folha de duas camadas.

[197] A cinza total da folha é a soma dos produtos de teor de cinza e o peso de cada camada, dividido pelo peso geral de folha.

$$A_s = \frac{W_t \times A_t + W_b \times A_b}{W_s}$$

[198] O teor de cinzas da camada de fundo é medido na folha de controle não revestida , e o teor de cinzas da camada superior está diretamente relacionado ao percentual em peso da pasta fluida de matéria particulada inorgânica e microfibrilada. Devido ao fato de que a observação da folha e dos cortes transversais de SEM mostram nenhuma penetração do compósito de pasta fluida de estrato superior de material particulado inorgânico e microfibrilado na base, ocorre que é alcançada 100% de retenção. O peso da camada de fundo pode ser eliminado da equação acima devido

$$W_b = W_s - W_t$$

[199] e, assim, pode ser rearranjado para render o peso da camada superior em termos de quantidades conhecidas.

$$W_t = W_s \times \frac{(A_s - A_b)}{(A_t - A_b)}$$

Testes 1 a 4

[200] Foi executada uma série de testes adicionais com a configuração usada no Teste 1. A máquina de papel Fourdrinier foi utilizada com diferentes pesos de revestimento no topo de uma base de kraft não alvejado de madeira macia a 100% refinada para cerca de CSF de 500 ml. O estrato superior que consiste em 20% de celulose microfibrilada, 80% de mineral e uma pequena quantidade de

floculante.

Resultados:

[201] Os resultados são relatados na Tabela 1. As seguintes abreviações são utilizadas na Tabela 1.

[202] BP: Papel base sem revestimento

[203] T1: Cerca de 28 g/m² de revestimento superior compósito, 20% de celulose microfibrilada, 80% de GCC.

[204] T2: Cerca de 35 g/m² de revestimento superior compósito, 20% de celulose microfibrilada, 80% de GCC.

[205] T3: Cerca de 42 g/m² de revestimento superior compósito, 20% de celulose microfibrilada, 80% de GCC.

[206] T4: Cerca de 48 g/m² de revestimento superior compósito, 20% de celulose microfibrilada, 20% de GCC, 60% de talco.

Tabela 1

| | BP | T1 | T2 | T3 | T4 |
|--|-------|------|------|------|------|
| Peso de revestimento (g/m ²) | - | 28,4 | 34,6 | 42,1 | 48,3 |
| Brilho F8 (%) | 15,2 | 74,3 | 78,4 | 81,2 | 79,4 |
| Porosidade Bendtsen (ml/min) | 1.939 | 66 | 33 | 30 | 47 |
| Lisura Bendtsen (ml/min) | 1.585 | 517 | 520 | 448 | 289 |
| Ligação Scott (J/m ²) | 199 | 194 | 183 | 207 | 215 |
| Resistência à ruptura (KPa) | 265 | 300 | 325 | 314 | 353 |
| CD de Índice de SCT (Nm/g) | 11,4 | 10,5 | 11,0 | 10,4 | 10,8 |
| MD de Índice de SCT (Nm/g) | 22,4 | 18,5 | 19,1 | 18,4 | 19,0 |
| CD de Índice de Tração (Nm/g) | 26,5 | 22,3 | 19,3 | 17,5 | 19,4 |
| MD de Índice de Tração (Nm/g) | 79,5 | 60,7 | 63,7 | 59,0 | 58,2 |

[207] Os testes mostram que os resultados no brilho, porosidade e lisura em vários pesos de revestimento se encontravam na faixa de 28 g/m² a 48 g/m². Não houve impacto na Ligação de Scott visto que a quebra no teste de resistência na direção z sempre ocorreu na folha de base, isto é, o estrato superior era mais forte que a base. Brilho vs. peso de revestimento é plotado na Figura 4.

[208] O imageamento por microscópio eletrônico de varredura de um substrato revestido no ponto T2 é representado na Figura 5. O estrato superior foi aplicado a 35 g/m² consistindo em 20% em peso de celulose microfibrilada e 80% em peso de carbonato de cálcio triturado aplicados a um substrato de 85 g/m². Fica evidente na Figura 5 que o estrato superior formado como uma camada superior distinta sem [penetração no substrato de base]. Na Figura 6, é representada uma imagem SEM no ponto de teste 4. O revestimento foi aplicado a 48 g/m² e o estrato superior compreende 20% em peso de celulose microfibrilada e 20% em peso de carbonato de cálcio triturado e 60% em peso de talco (isto é, uma razão de 1:4 entre celulose microfibrilada e material particulado inorgânico) aplicado a um substrato de 85 g/m². A Figura 6 claramente indica que o estrato superior é aplicado para desejavelmente permanecer como uma camada na superfície do substrato.

Teste Comparativo:

[209] A Tabela 2 abaixo apresenta dados sobre um cartão canelado de papel branco convencional produzido em uma máquina de papel similar, porém com a utilização de um estrato superior convencional aplicado a um substrato de base de 82 g/m². A base foi fabricada de fibra Kraft de madeira macia não alvejada, e a camada de papel branco foi fabricada de fibra Kraft de madeira dura (bétula) alvejada, dentro da faixa típica de cargas de enchimento até 20%. A base estava direcionada a 80 g/m² e a camada branca estava direcionada a 60 g/m². A Tabela 2 mostra um resultado típico sem celulose microfibrilada, na qual um carregamento de 15% em peso de um PCC escalenoédrico (HB Ótico) foi usado na camada branca. A base era muito mais forte do que para os Testes 1 a 4 acima, mas pode ser visto que a queda nos índices de propriedade mecânica a partir da adição da camada superior também é muito grande. Dado que a camada de estrato superior dos Testes 1 a 4 podem alcançar um brilho-alvo a uma gramatura inferior ao substrato de papel branco convencional, para uma gramatura total fixa, o uso de FiberLean deveria permitir que o fabricante de chapa usasse uma proporção maior de fibra longa não alvejada no produto e, assim, alcançar um produto mais rígido e mais forte.

[210] A Tabela 2 abaixo apresenta propriedades típicas de papel de vários graus de cartão canelado convencional.

Tabela 2

Propriedades típicas de papel de graus de cartão
canelado

| cerca de 120 g/m² propriedades indicativas | Forro de Teste de Folha Branca | Forro de Kraft de Folha Branca | Forro de Teste de Folha Branca Revestido | Forro de Kraft de Folha Branca Revestido |
|--|---|---|---|---|
| Batelada | 1,15 | 1,15 | 1,05 | 1,05 |
| Resistência à ruptura [kPa] | 250 | 500 | 300 | 700 |
| Ligação Interna [J/m ²] | 250 | 350 | 300 | 350 |
| SCT cd [kN/m] | 1,7 a 2,0 | 3,0 a 4,0 | 2,3 a 2,7 | 3,0 a 4,0 |
| Cobb 60 segundos [g/m ²] | 30 | 30 | 30 | 30 |
| PPS [µm] | 3 | 3 | 2 | 2 |
| R457, C2° [%] | 65 a 75 | 75 | 80 a 85 | 77 a 82 |

[211] Para demonstrar as propriedades de impressão dos cartões canelados de papel branco da presente invenção. A Figura 7 apresenta um corte transversal de uma amostra impressa de Flexografia. A tinta está no topo do estrato superior, como deveria.

Exemplo 3.

[212] De acordo com a configuração e parâmetros apresentados nos Exemplos 1 e 2, a produção contínua de substratos revestidos com diferentes pesos de revestimento e substratos de base foi estudada. Os Testes 5 a 7 utilizaram um papel de base (BP) fabricado de 70% de madeira dura e 30% de madeira macia, refinadas juntas a cerca de 400 ml de CSF,

com uma gramatura-alvo de 70 g/m². Os revestimentos aplicados a BP nos Testes 5 a 7 são identificados como:

[213] T5, cerca de 20 g/m² de revestimento compósito (20% d MFC, 80% de GCC, sem aditivos) no BR de papel de base

[214] T6, cerca de 30 g/m² de revestimento compósito (20% d MFC, 80% de GCC, sem aditivos) no BR de papel de base

[215] T7, cerca de 40 g/m² de revestimento compósito (20% d MFC, 80% de GCC, sem aditivos) no BR de papel de base

[216] A Tabela 3 apresenta os dados obtidos nos Testes 5 a 7.

Tabela 3

| | BP | T5 | T6 | T7 |
|----------------------------|------|------|------|-------|
| Gramatura g/m ² | 72,6 | 90,3 | 99,3 | 111,1 |
| F8 Brilho % | 39,0 | 65,0 | 77,2 | 81,8 |
| Porosidade Gurley Sec. | 3 | 51 | 185 | 300 |

[217] Fica evidente nos dados apresentados na Tabela 4 que o brilho-alvo do estrato superior aplicado como revestimento sobre o substrato escuro foi alcançado em todas as operações dos Testes 5 a 7.

Exemplo 4

[218] A Tabela 4 apresenta dados sobre o desempenho de impressão de substratos de cartão canelado revestidos com estrato superior.

[219] As Referências Comparativas 1 e 2 compreendem

papel de jato de tinta revestido comercial e papel de jato de tinta não revestido comercial. A Amostra de Impressão é compreendida de:

[220] 30 g/m² de revestimento compósito (20% de MFC, 80% de GCC) em base porosa (70% de madeira dura e 30% de madeira macia, cerca de 400 ml de CSF, 70 g/m²). Papel obtido em um processo de produção contínuo. A Amostra de Impressão foi fabricada de acordo com o Exemplo 3. A impressão por jato de tinta de cilindro para cilindro como aplicado a 50 m/min.

[221] A Tabela 4 apresenta o resultado de impressão das Amostras de Referência Comparativa 1 (Papel especial para jato de tinta, revestido e calandrado) e 2 (papel não revestido adequado para jato de tinta) versus a Amostra de Impressão de uma modalidade da presente invenção.

Tabela 4

| | Referência 1 | Referência 2 | Amostra de Impressão |
|-------------------------|--------------|--------------|----------------------|
| Densidade Ótica Preto | 1,29 | 0,94 | 1,07 |
| Densidade Ótica Ciano | 0,98 | 0,96 | 0,98 |
| Densidade Ótica Magenta | 1,07 | 0,98 | 0,87 |

REIVINDICAÇÕES

1. Produto de papel ou papelão **caracterizado** pelo fato de que compreende:

(i) um substrato contendo celulose; e

(ii) um estrato superior que compreende um material particulado inorgânico e pelo menos 5% em peso a 30% em peso de celulose microfibrilada com base no peso total do estrato superior, em que o teor de material particulado inorgânico é de 67% em peso a 92% em peso com base no peso total do estrato superior, em que o material particulado inorgânico tem uma distribuição de tamanho de partícula na qual pelo menos 20% a pelo menos 95% em peso das partículas têm um diâmetro esférico equivalente (e.s.d.) menor que 2 μm e, ainda, em que o brilho medido no estrato superior é pelo menos de 65%; e em que o estrato superior tem uma gramatura de 15 g/m^2 a 40 g/m^2 .

2. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que compreende um produto de cartão para embalagem de camada superior branca.

3. Produto, de acordo com a reivindicação 2, **caracterizado** pelo fato de que o substrato tem uma gramatura adequada para uso em um produto de cartão para embalagem, compreendendo uma gramatura na faixa de 50 g/m^2 a 500 g/m^2 .

4. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o substrato compreende polpa

reciclada, kraft escuro ou combinações dos mesmos.

5. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o material particulado inorgânico e a celulose microfibrilada compreendem mais que 95% em peso do estrato superior, com base no peso total do estrato superior.

6. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior compreende pelo menos 70% em peso de um material particulado inorgânico, com base no peso total do estrato superior.

7. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior compreende pelo menos 80% em peso de um material particulado inorgânico, com base no peso total do estrato superior.

8. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior compreende pelo menos 10% em peso a 20% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior.

9. Produto, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior compreende pelo menos um material particulado inorgânico selecionado do grupo que consiste em: carbonato de cálcio, carbonato de magnésio, dolomita, gesso, uma argila de candita anidra, caulim, perlita, terra diatomácea, wollastonita, talco, hidróxido de magnésio, dióxido de titânio ou tri-hidrato de

alumínio, ou combinações dos mesmos.

10. Produto, de acordo com a reivindicação 9, **caracterizado** pelo fato de que o material particulado inorgânico compreende carbonato de cálcio.

11. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o produto tem uma rugosidade PPS (a 1.000 kPa) medida no estrato superior de não mais que 6,0 µm e/ou uma rugosidade PPS (a 1.000 kPa) medida no estrato superior que é pelo menos 2,0 µm menor que a rugosidade PPS do substrato ausente no estrato superior.

12. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior compreende até 2% em peso, no total, de aditivos selecionados do grupo que consiste em: floculante, auxiliar de formação/drenagem, espessante solúvel em água, amido, auxiliar de retenção e combinações dos mesmos.

13. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior é desprovido de composto orgânico adicional.

14. Produto, de acordo com a reivindicação 13, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior é desprovido de polímero catiônico, polímero aniônico ou hidrocoloide polissacarídeo.

15. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior é

desprovido de cera, poliolefinas e silicone.

16. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o substrato compreende até 1% em peso de auxiliar de retenção, com base no peso total do substrato.

17. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior consiste em particulado inorgânico e celulose microfibrilada.

18. Produto, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que compreende ainda um estrato ou camada superior adicional, ou estratos e camadas adicionais, a camada ou o estrato compreendendo pelo menos 5% em peso a 30% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior.

19. Produto, de acordo com a reivindicação 18, **caracterizado** pelo fato de que pelo menos uma das camadas ou estratos adicionais é uma camada ou estrato de barreira, ou camada ou estrato de cera, ou camada ou estrato de silício.

20. Método de fabricação de um produto de papel ou papelão, em que o método é **caracterizado** pelo fato de que compreende:

(a) fornecer uma manta úmida de polpa;

(b) fornecer uma pasta fluida de estrato superior sobre a manta úmida de polpa com o uso de um aplicador adequado para formar um filme através de uma passagem de ranhura não

pressurizada ou pressurizada no topo de um substrato úmido no fio da extremidade úmida de uma máquina de papel, em que:

(i) a pasta fluida de estrato superior é fornecida em uma quantidade na faixa de 15 g/m² a 40 g/m²;

(ii) a pasta fluida de estrato superior compreende uma quantidade suficiente de celulose microfibrilada para obter um produto que tem um estrato superior que compreende pelo menos 5% em peso a pelo menos 30% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior;
e

(iii) a pasta fluida de estrato superior compreende uma quantidade suficiente de material particulado inorgânico para obter um produto que tem um estrato superior que compreende pelo menos 67% em peso de material particulado inorgânico, com base no peso total do estrato superior, em que o material particulado inorgânico tem uma distribuição de tamanho de partícula em que pelo menos 20% a pelo menos 95% em peso das partículas têm um diâmetro esférico equivalente (e.s.d.) menor que 2 µm.

21. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caraterizado** pelo fato de que a manta úmida de polpa compreende mais que 50% em peso de água, com base no peso total da manta úmida de polpa.

22. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que a manta úmida de polpa

compreende até 1% em peso de auxiliar de retenção, com base no peso total da manta úmida de polpa.

23. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que a pasta fluida de estrato superior compreende material particulado inorgânico e uma quantidade suficiente de celulose microfibrilada para obter um produto de papel que tem um estrato superior que compreende pelo menos 15% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior.

24. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que a pasta fluida de estrato superior é aplicada com o uso de uma passagem de ranhura pressurizada no topo de um substrato úmido no fio da extremidade úmida de uma máquina de papel.

25. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que a pasta fluida de estrato superior é aplicada com o uso de um revestidor em cortina.

26. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o produto de papelão é um produto de cartão para embalagem de camada superior branca.

27. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o substrato tem uma gramatura adequada para uso em um produto de cartão para embalagem, compreendendo uma gramatura na faixa de 50 g/m² a 500 g/m².

28. Método, de acordo com a reivindicação 20,

caracterizado pelo fato de que o substrato compreende polpa reciclada, kraft escuro ou combinações dos mesmos.

29. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o material particulado inorgânico e a celulose microfibrilada compreendem mais que 95% em peso do estrato superior, com base no peso total do estrato superior.

30. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior compreende pelo menos 70% em peso de um material particulado inorgânico, com base no peso total do estrato superior.

31. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior compreende pelo menos 80% em peso de um material particulado inorgânico, com base no peso total do estrato superior.

32. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior compreende pelo menos 10% em peso a 20% em peso de celulose microfibrilada, com base no peso total do estrato superior.

33. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior compreende pelo menos um material particulado inorgânico selecionado do grupo que consiste em: carbonato de cálcio, carbonato de magnésio, dolomita, gesso, uma argila de candita anidra, caulim, perlita, terra diatomácea, wollastonita, talco,

hidróxido de magnésio, dióxido de titânio ou tri-hidrato de alumínio, ou combinações dos mesmos.

34. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o material particulado inorgânico compreende ou é carbonato de cálcio.

35. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior compreende até 2% em peso, no total, de aditivos selecionados do grupo que consiste em: floculante, auxiliar de formação/drenagem, espessante solúvel em água, amido, auxiliar de retenção e combinações dos mesmos.

36. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior é desprovido de composto orgânico adicional.

37. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior é desprovido de polímero catiônico, polímero aniônico ou hidrocoloide polissacarídeo.

38. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior é um estrato externo.

39. Método, de acordo com a reivindicação 20, **caracterizado** pelo fato de que o estrato superior é desprovido de cera, poliolefinas e silicone.

40. Método, de acordo com a reivindicação 20,

caracterizado pelo fato de que o estrato superior consiste em partículas inorgânicas e celulose microfibrilada.

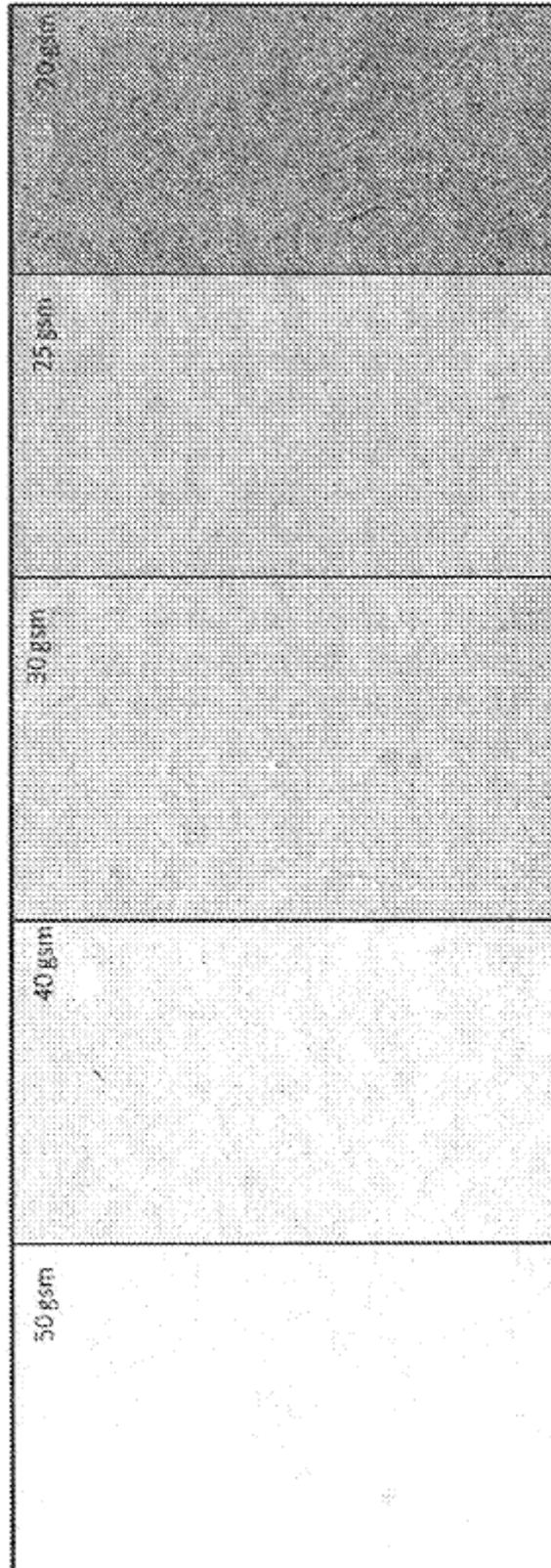


FIG. 1

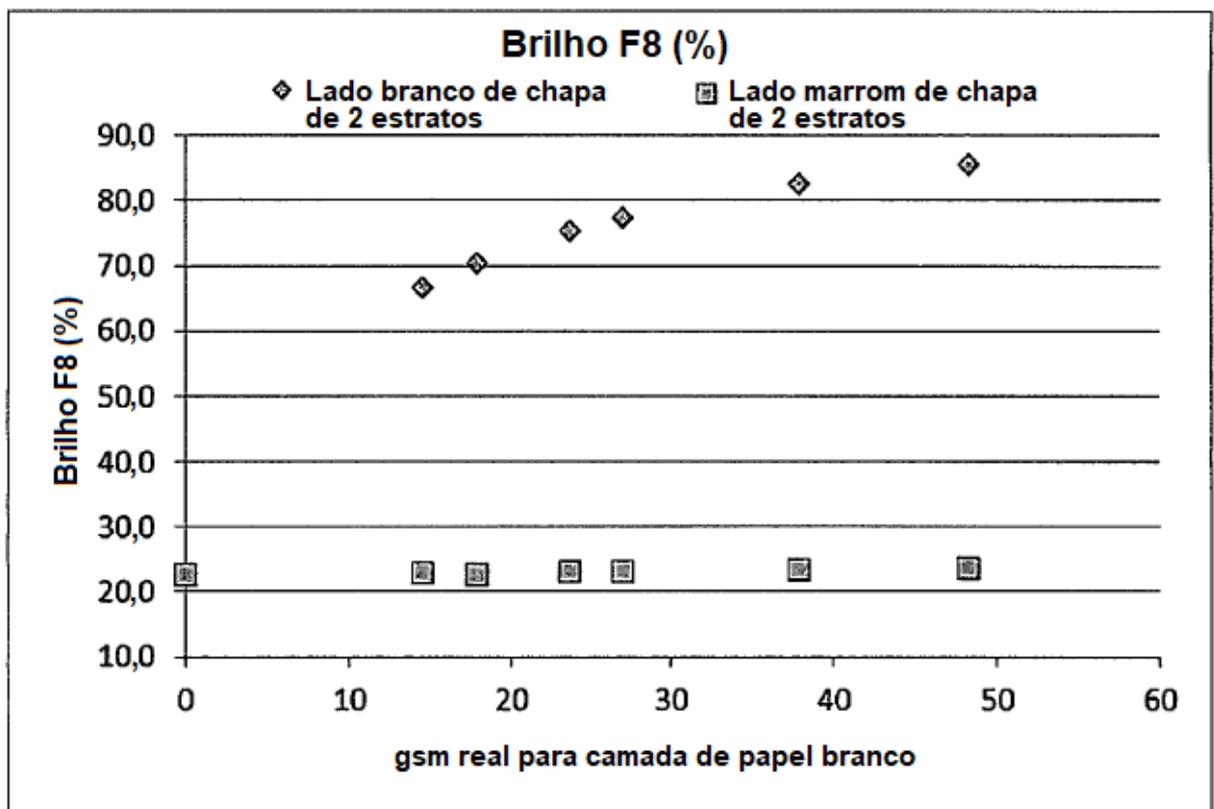


FIG. 2

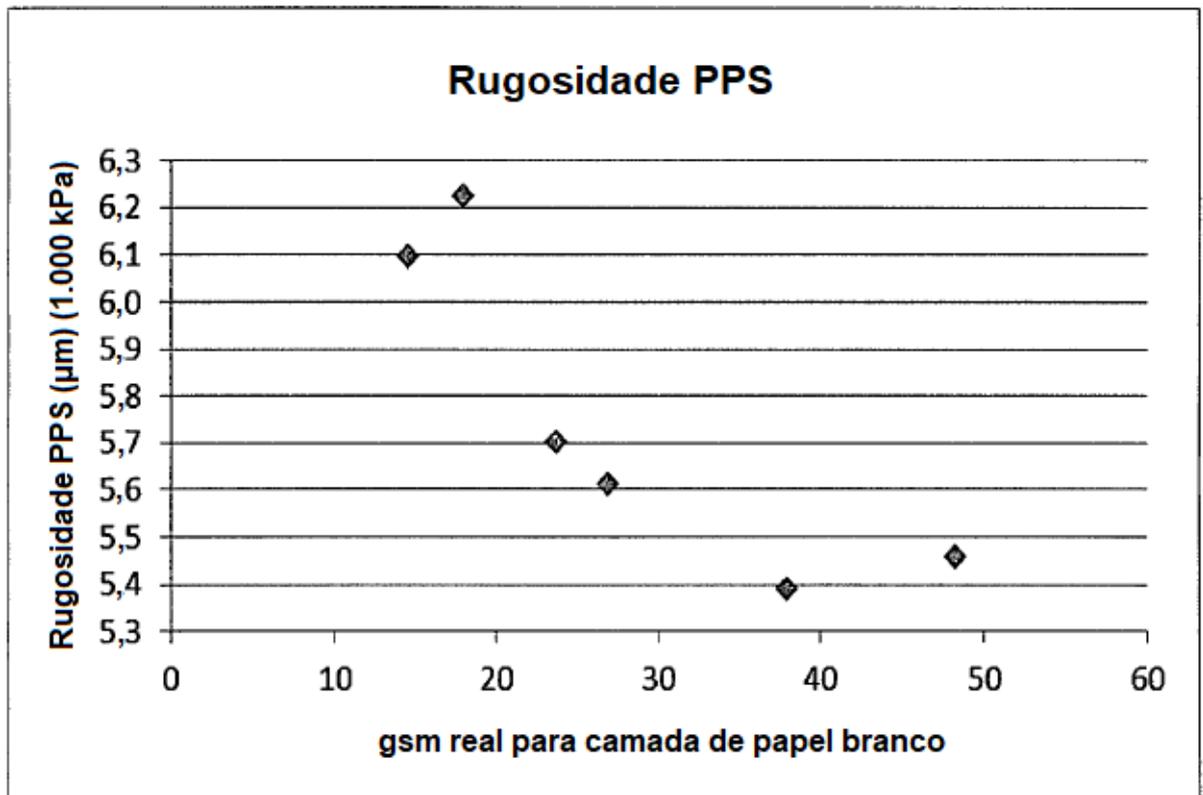


FIG. 3

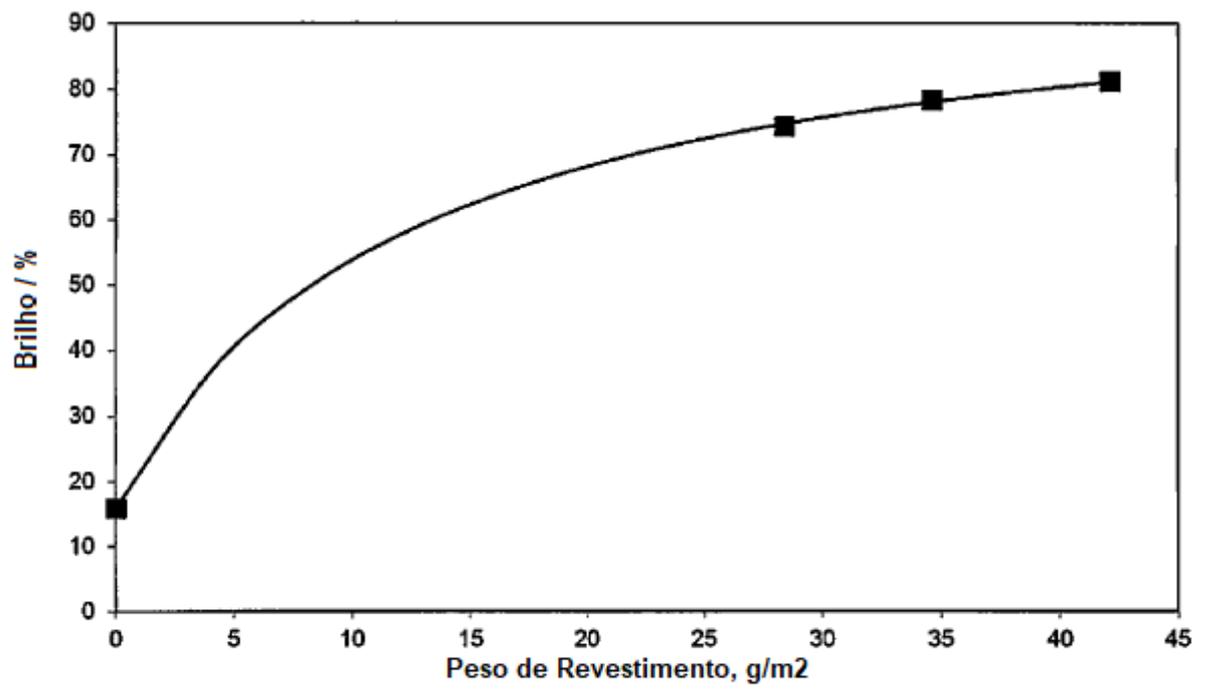


FIG. 4

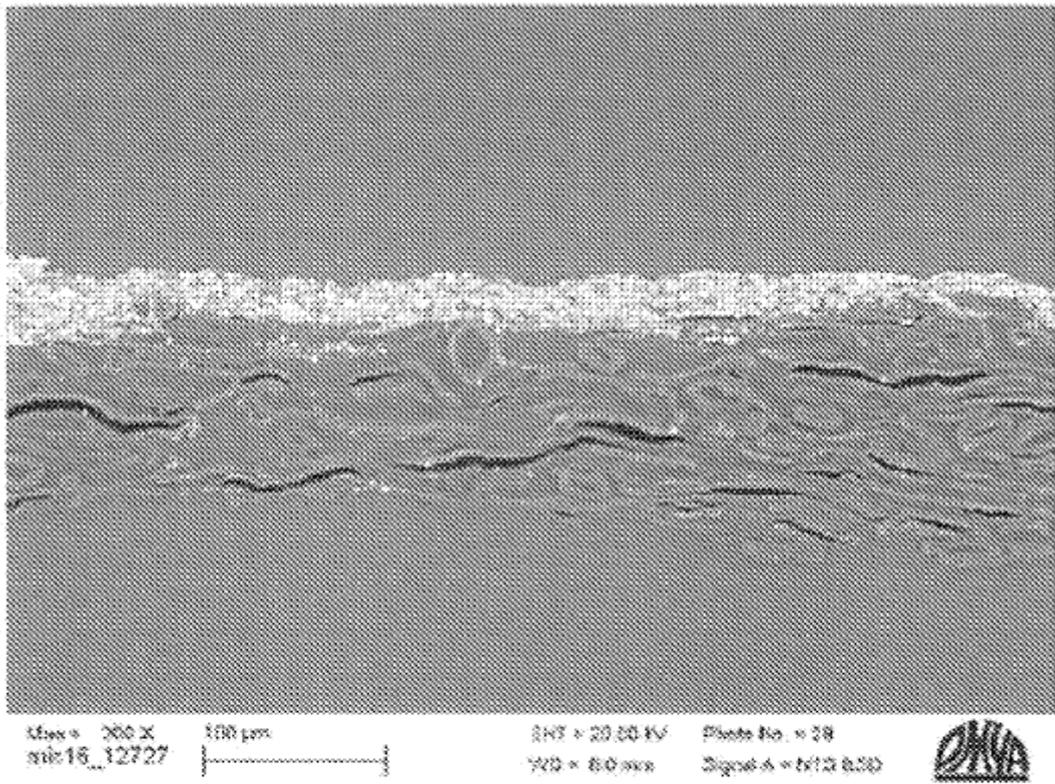


FIG. 5.

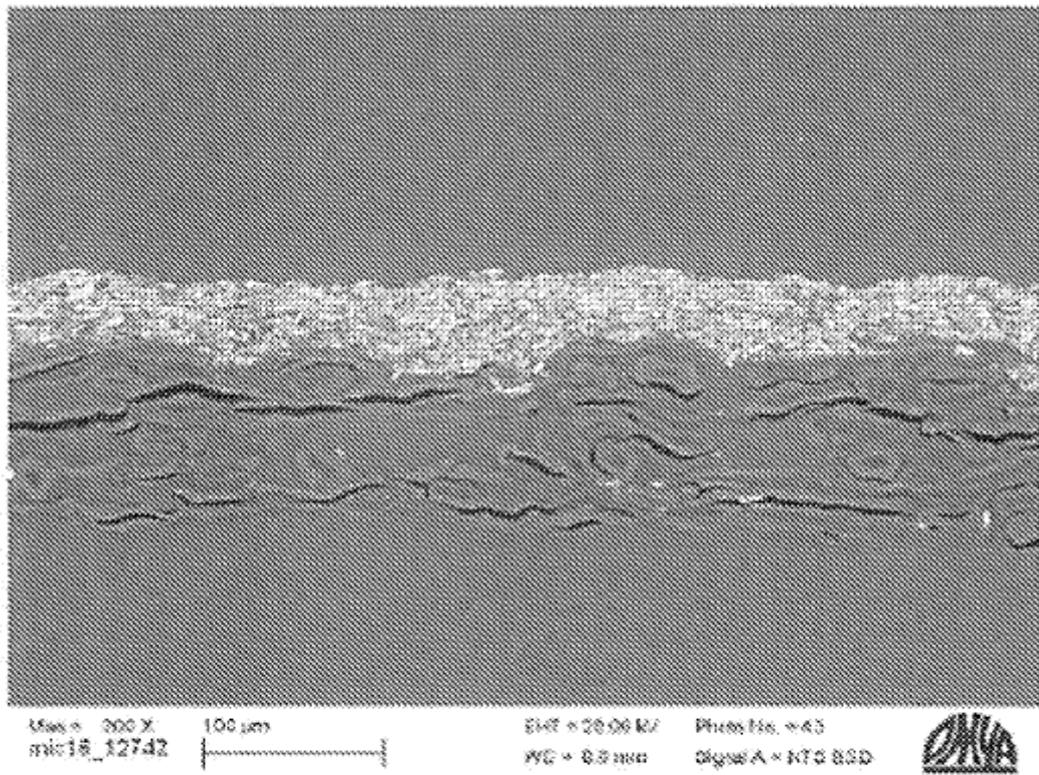


FIG. 6

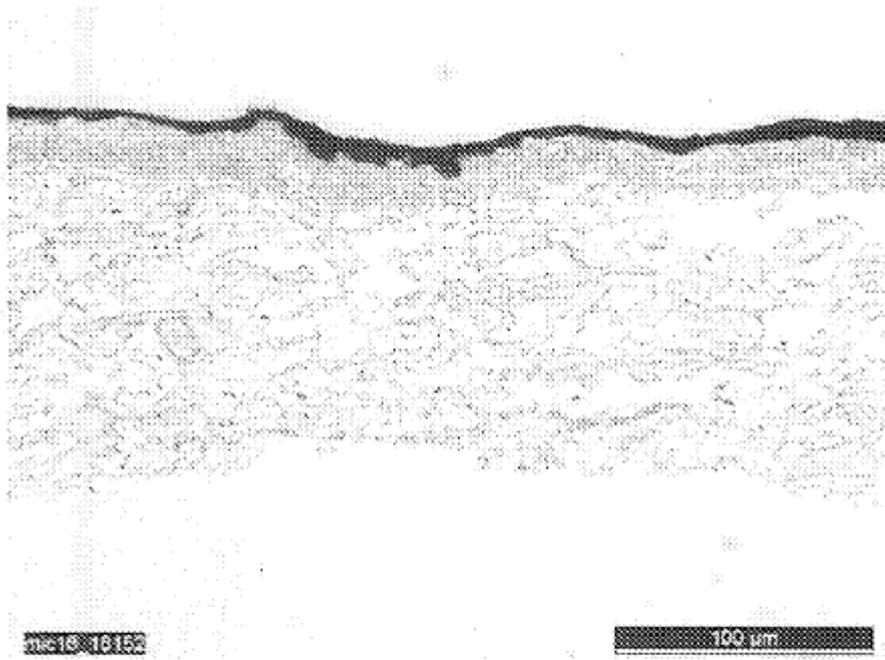


FIG. 7