

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑲ Numéro de dépôt: 79400405.1

⑤ Int. Cl.³: **D 21 D 3/00, D 21 H 5/00,**
B 41 M 5/00, C 04 B 43/00

⑳ Date de dépôt: 19.06.79

③① Priorité: 20.06.78 FR 7818447
24.01.79 FR 7901833
24.04.79 FR 7910386

⑦① Demandeur: **Société Anonyme dite : ARJOMARI-
PRIOUX, 3 rue du Pont-de-Lodi, F-75006 Paris (FR)**

④③ Date de publication de la demande: 09.01.80
Bulletin 80/1

⑦② Inventeur: **Gomez, Daniel, "Le Guillermet", F-38850
Charavines (FR)**

⑧④ Etats contractants désignés: **AT BE CH DE FR GB IT
LU NL SE**

⑦④ Mandataire: **Cliscl, Serge et al, CABINET BEAU DE
LOMENIE 55 rue d'Amsterdam, F-75008 Paris (FR)**

⑤④ **Procédé de préparation d'une feuille fibreuse par voie papetière en vue d'améliorer les liaisons et la réterrtion, feuille obtenue selon ce procédé et son application notamment dans le domaine du remplacement de l'amiante et des supports d'impression-écriture.**

⑤⑦ La présente invention a trait à un procédé de préparation d'une feuille fibreuse par voie papetière, selon lequel le floculant est introduit dans la suspension aqueuse renfermant le mélange de base choisi parmi l'ensemble constitué par (i) les fibres seules quand il n'y a pas de charge minérale non liante, et (ii) les fibres et la charge minérale non liante quand celle-ci est présente, avant et après l'introduction du liant organique.

Elle concerne également en tant que produit industriel nouveau la feuille obtenue selon ce procédé.

Elle concerne enfin l'application de ladite feuille notamment dans le domaine des revêtements (en remplacement de l'amiante) et des supports d'impression-écriture.

EP 0 006 390 A1

Procédé de préparation d'une feuille fibreuse par voie papetière en vue d'améliorer les liaisons et la rétention, feuille obtenue selon ce procédé et son application notamment dans le domaine du remplacement de l'amiante et des supports d'impression-écriture.

La présente invention a trait à un nouveau procédé de préparation d'une feuille fibreuse par voie papetière incluant la précipitation de liant et de charges quand celles-ci sont présentes, pour améliorer les liaisons, les propriétés mécaniques, la rétention des charges
5 et permettre ainsi la diminution des pertes matières et la pollution des eaux. Elle concerne également la feuille fibreuse obtenu selon ce procédé et son application notamment dans le domaine des revêtements en remplacement de l'amiante et dans le domaine des supports d'impression-écriture.

10 On sait que les papiers et cartons sont principalement constitués de fibres cellulosiques nobles (c'est-à-dire provenant notamment de pâtes de bois résineux et/ou de bois feuillus) en association, le cas échéant, avec une charge minérale (notamment le talc, le kaolin, le carbonate de calcium, le carbonate de magnésium) et un liant,
15 et qu'ils peuvent également renfermer des agents auxiliaires tels que notamment les agents de collage, les agents de rétention, les agents anti-slime et les azurants optiques.

Dans le domaine du remplacement de l'amiante, on sait que l'on a proposé, dans la demande de brevet français publiée n° 2 357 676,
20 un procédé de préparation d'une feuille fibreuse à partir de fibres végétales ou animales, d'une charge minérale et d'un liant. Or ce procédé présente de nombreux inconvénients (mauvaise rétention et faibles propriétés mécaniques du produit final, notamment) et n'a pas pu être exploité industriellement.

25 Par ailleurs on sait que dans le passé on a préconisé des solutions techniques faisant appel à des agents de rétention particuliers pour résoudre le problème de la rétention, voir à cet effet les brevets britanniques n° 1 407 100, 1 378 759, 1 372 146 et 1 338 513, et américains n° 2 657 991 et 3 184 373.

On sait aussi que les prix de plus en plus élevés des fibres cellulosiques nobles ont conduit l'industrie papetière à rechercher des produits et matières premières de remplacement. Parmi les solutions techniques qui ont été envisagées, on peut
5 mentionner celles qui consistent à augmenter la teneur en charge minérale introduite dans la masse pour diminuer la consommation en fibres. Or, il se trouve que ces solutions engendrent (i) une diminution sensible des propriétés mécaniques du substrat en feuille (notamment la résistance à la traction, la résistance à l'éclatement, et, sur-
10 tout, la cohésion interne et la rigidité) et (ii) des difficultés au niveau de la fabrication puis de l'utilisation (car la fragilité du substrat en feuille peut être à l'origine d'une réduction des cadences de production afin d'éviter les casses sur machine et par suite les déchets).

Ainsi, la solution technique proposée par le brevet
15 français n° 1 033 298, qui consiste à préparer un papier épais à partir de fibres et d'une charge minérale, ne convient pas notamment dans le domaine des supports d'impression-écriture, car elle conduit à un produit final mou. Par ailleurs, la solution technique proposée par le brevet américain précité n° 3 184 373, qui consiste
20 à préparer un support d'impression-écriture à partir de fibres, d'une charge minérale et d'un mélange d'agents de rétention, est insatisfaisante en ce sens que les floccs constitués par les fibres et la charge minérale sont faiblement liés en raison de l'absence d'un agent liant : de plus, lesdits floccs sont instables et ne sup-
25 portent pas les turbulences dans les circuits de tête de la machine à papier, comme indiqué dans ledit brevet américain, colonne 7 lignes 37 et suivantes.

Selon l'invention on préconise pour résoudre le problème de l'amélioration des liaisons et de la rétention, une nouvelle
30 solution technique incluant la précipitation d'un liant et d'une charge minérale quand celle-ci est présente, et qui repose sur l'utilisation d'un agent flocculant avant et après l'introduction du liant et qui est directement utilisable quand on veut augmenter la teneur en charge minérale pour avoir un rapport pondéral charge minérale-fibres élevé, notam-
35 ment compris entre 2 et 9, ou encore quand on veut améliorer les propriétés mécaniques des papiers existants, ou enfin quand on souhaite augmenter le taux de charge minérale restante d'un papier ayant un

rapport pondéral charge minérale-fibres compris entre 0 et 2 sans affecter ses propriétés mécaniques.

Un des buts de l'invention est de proposer un procédé unique permettant de préparer (a) une feuille fibreuse destinée à
5 remplacer l'amiante dans le domaine des panneaux de revêtement, notamment les panneaux de revêtement de sol, et (b) une feuille fibreuse destinée à être utilisée dans le domaine des supports d'impression-écriture et des papier spéciaux.

Un autre but de l'invention est de proposer un pro-
10 duit en feuille qui soit imputrescible et/ou ininflammable et qui présente une bonne stabilité dimensionnelle à l'état sec, à l'état humide et à la chaleur, et de bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique, de façon à pouvoir remplacer l'amiante, car l'on sait que l'utilisation de cette dernière implique (i) le recours à
15 des installations compliquées entraînant des investissements et des frais de fonctionnement importants et (ii) le respect de règles de sécurité et d'hygiène très strictes, pour éviter tout risque d'absorption ou d'inhalation de fibres et poussières d'amiante.

Un autre but de l'invention est d'améliorer les propriétés mécaniques des feuilles fibreuses utiles notamment dans le domaine de l'impression-écriture et plus précisément les deux propriétés importantes que sont la cohésion interne et la rigidité. Sur le plan technique, on se propose d'améliorer les propriétés mécaniques des papiers existants, sans modifier la teneur en charge
25 minérale non liante, et, sur le plan économique, on se propose d'augmenter la teneur en charge minérale non liante des papiers et de pallier les inconvénients de la diminution de l'ensemble des propriétés mécaniques, notamment la cohésion interne, la rigidité et la déchirure qu'engendre l'augmentation de ladite teneur en charge minérale.

30 Parmi les avantages de l'invention on peut notamment mentionner les économies de matière et d'énergie (siccité plus élevée à l'entrée en sécherie des papiers chargés, d'où séchage plus rapide), et, en outre, une augmentation de la vitesse de production (notamment dans la fabrication des roto-offsets).

35 Parmi les applications du procédé de l'invention on peut notamment mentionner :

- 5 a) les applications visant le domaine des revêtements
en remplacement notamment de l'amiante, à partir
d'une feuille fibreuse ayant un rapport pondéral
charge minérale non liante-fibres supérieur à 1,
de préférence compris entre 2 et 9, et avantageu-
sement compris entre 3 et 9 ;
- 10 b) les applications visant le domaine des supports
d'impression-écriture et de papiers spéciaux à
partir d'une feuille fibreuse ayant un rapport
pondéral charge minérale non liante-fibres compris
entre 0 et 9, et utilisable en tant que support
pour héliogravure, offset, flexographie, typographie,
impression taille-douce, photocopie, papier chèque,
étiquette, couché classique, couché moderne, édition,
15 affiches publicitaires (ignifugées ou non ignifugées),
journaux, annuaires, écriture (manuscrite ou avec ma-
chine à écrire), cahiers, cartonnets, couvertures, ou
encore support pour reprographie, pour papier diazo,
support abrasif, anti-adhérent ou stratifié.

20 Par "feuille fibreuse" ou encore "substrat en feuille"
on entend ici un matériau composite préparé par voie papetière et
comprenant des fibres, un liant organique et au moins un floculant;
ce matériau composite pouvant, le cas échéant, comprendre en outre
une charge minérale non liante et un ou plusieurs adjuvants clas-
25 siques en papeterie.

Par "feuille minérale" on entend ici une feuille fi-
breuse particulière préparée par voie papetière et comprenant des
fibres, un liant et une charge minérale, et dans laquelle la quan-
tité de charge minérale est relativement importante par rapport à
30 celle des fibres.

Par "mélange de base" on entend ici un mélange choisi
parmi l'ensemble constitué par (i) les fibres seules quand il n'y
a pas de charge minérale non liante, et (ii) les fibres et la
charge minérale non liante quand celle-ci est présente.

35 Par "amélioration des propriétés mécaniques" on

entend ici l'amélioration des propriétés mécaniques des feuilles fibreuses existantes, d'une part, et le maintien des propriétés mécaniques quand on augmente la teneur en charge minérale non liante dans lesdites feuilles, d'autre part.

5 Dans ce qui suit, le rapport pondéral charge minérale non liante-fibres a été désigné par la lettre R.

Le procédé de préparation selon l'invention d'une feuille fibreuse en vue d'améliorer les liaisons, la rétention, dans lequel on forme une feuille par voie humide à partir d'une suspension aqueuse
10 renfermant des fibres, un liant organique, un flocculant et, le cas échéant, une charge minérale non liante, est caractérisé en ce que le flocculant est introduit dans la suspension aqueuse renfermant le mélange de base avant et après l'introduction du liant organique.

Selon un mode avantageux de mise en oeuvre, le procédé
15 de l'invention est caractérisé en ce que l'on utilise 0,02 à 10 parties en poids de flocculant pour 100 parties en poids du mélange de base, en ce que l'on introduit successivement dans une suspension aqueuse contenant les fibres 0,01 à 4 parties en poids de flocculant, puis le liant organique, et enfin 0,01 à 6 parties en poids de
20 flocculant, et en ce que l'on forme à partir de la suspension résultante une feuille que l'on essore et sèche, puis, si nécessaire, soumet à au moins un traitement complémentaire.

En d'autres termes, on opère selon un procédé en deux stades :

25 au stade 1, on prépare une suspension aqueuse en introduisant successivement 100 parties en poids de mélange de base, 0,01 à 4 parties en poids de flocculant, le liant organique et 0,01 à 6 parties en poids de flocculant, puis forme une feuille que l'on essore et sèche ;

30 au stade 2, on soumet, si nécessaire, la feuille ainsi obtenue à au moins un traitement complémentaire.

D'une manière générale, le traitement complémentaire du stade 2 est fonction de l'application envisagée, puisque la feuille obtenue au stade 1 peut être utilisée comme support de
35 base pour tout type de traitement de surface (traitement mécanique,

tel que lissage, calandrage ou grainage ; ou traitement chimique tel que surfaçage ou couchage sur machine ou hors machine à papier).

Du point de vue pratique pour préparer notamment un support d'impression-écriture et un produit destiné au remplacement de l'amiante, il est préféré de mettre en oeuvre le stade 1 puis le stade 2.

Une charge minérale non liante peut être introduite dans la suspension aqueuse contenant les fibres. Selon l'invention, R sera compris entre 0 et 9.

Toutes les fibres conviennent pour l'élaboration de la feuille minérale selon l'invention, à l'exclusion, bien entendu, des fibres d'amiante en raison des difficultés mentionnées plus haut même si leur utilisation ne soulève aucun problème technique. Parmi les fibres que l'on préconise, on peut notamment citer les fibres organiques naturelles (telles que les fibres cellulosiques, les fibres de cuir, les fibres végétales) et synthétiques (telles que les fibres de polyamides, de polyalkylènes et de polyesters), et les fibres minérales (telles que les fibres de verre, de céramique, de sulfate de calcium et de carbone). On peut bien entendu utiliser des mélanges de ces fibres ainsi que les fibres de récupération de vieux papiers et de textiles. Les fibres utilisables ont 0,1 à 8 mm de longueur (par exemple : 0,2-3 mm pour les fibres cellulosiques, 3-6 mm pour les fibres de verre et 0,1-0,3 mm pour les fibres de laine de roche). L'utilisation de fibres de sulfate de calcium et en particulier de fibres de gypse aciculaire demande au préalable une saturation des eaux de dilution en sulfate de calcium (2 à 3 g/l) afin de ne pas dissoudre lesdites fibres dans la suspension du mélange de base.

A titre d'illustration un certain nombre de fibres utilisables a été donné dans le tableau I. Les fibres cellulosiques utilisées seules ou en association avec d'autres fibres auront un degré SCHOPPER-RIEGLER (S.R.) compris entre 15 et 65.

Les fibres préférées sont les fibres cellulosiques, car, bien que relativement onéreuses, elles sont encore moins chères que les autres fibres. Selon un mode préféré de réalisation on pré-

conise d'utiliser des fibres cellulosiques en association avec des fibres de polyalkylène (notamment polyéthylène et polypropylène). L'utilisation de fibres de polyalkylène permet de renforcer la solidité de l'ensemble (cohésion interne notamment) et la stabilité dimensionnelle. En effet, ces fibres qui fondent ou se ramolissent à 120-200°C permettent de renforcer les caractéristiques mécaniques (adhésion à l'état sec et à l'état humide, stabilité dimensionnelle), de conférer au papier une certaine épaisseur (ce qui, pour une épaisseur et un grammage donnés, réduit les coûts matières), de diminuer la quantité de liant et, le cas échéant, la quantité de fibres de verre à utiliser, notamment dans la réalisation de panneaux de revêtement, de favoriser l'égouttage (plus grande vitesse, meilleur coût de production) lors de la formation de la feuille, et de diminuer le peluchage (notamment pour éviter les points durs et les irrégularités de surface). Le traitement à chaud (à 120-200°C environ pendant 4 à 2 minutes environ) des feuilles minérales renfermant des fibres de polyalkylène peut être effectué sur la machine à papier, ou chez l'utilisateur (par exemple pendant le séchage de l'enduction vinylique de 3 minutes à 180°C) hors machine à papier.

Parmi les mélanges de fibres renfermant des fibres de polyalkylène on pourra avantageusement faire appel aux mélanges fibres cellulosiques-fibres de polyéthylène (75:25) en poids et (16:9) en poids, au mélange fibres cellulosiques-fibres de polyéthylène-fibres de verre (16:9:2) en poids, et au mélange fibres cellulosiques-fibres de polyéthylène-fibres de laine de roche (16:8:3) en poids.

Le liant à utiliser au stade 1 est un liant organique d'origine naturelle ou synthétique car les liants minéraux et les ciments présentent l'inconvénient d'avoir une durée de prise longue. Le liant organique assure la liaison des constituants de la feuille fibreuse entre eux, peut renforcer les propriétés physiques de la feuille fibreuse et joue le rôle d'agent de rigidification. Parmi les liants qui conviennent on peut notamment citer ceux du tableau III ci-après.

De façon avantageuse on utilisera 0,2 à 30 parties en poids sec de liant pour 100 parties en poids du mélange de base. Par exemple, pour 100 parties en poids du mélange de base on pourra utiliser (i) 0,2-15 (et avantageusement 1,5-5) parties en poids de liant quand R est inférieur à 2 et en particulier dans le cas des papiers classiques où R est compris entre 0,2 et 0,7, et (ii) au plus de 30 parties en poids de liant quand R est compris entre 2 et 9, notamment 2 à 15 parties en poids de liant.

Dans le domaine des supports d'impression-écriture et des papiers spéciaux, le liant le plus intéressant est l'amidon qui est un produit constitué d'une substance polymère à chaîne linéaire, l'amylose, et d'une substance polymère tridimensionnelle, l'amylopectine, et plus particulièrement l'amidon renfermant 50 à 6 000 motifs anhydroglucose (dans le polymère linéaire) par molécule, tel que la fécule native (notamment obtenue à partir de la pomme de terre) et l'amidon de maïs natif, qui renferment 100 à 6 000 motifs anhydroglucose (dans le polymère linéaire) par molécule, et les amidons modifiés par voie chimique ou enzymatique (esters phosphoriques d'amidon carboxyméthylé, et amidon dégradé enzymatiquement) qui renferment de 50 à 3 000 motifs anhydroglucose par molécule. Ces amidons réagissent, soit avec les ions aluminium, soit avec les flocculants cationiques synthétiques mentionnés ci-après, pour former un complexe qui a une bonne affinité pour la fibre et la charge. On peut également utiliser des amidons modifiés ioniquement.

L'amidon ayant 50 à 6 000 motifs anhydroglucose (dans le polymère linéaire) par molécule, est le liant préféré en ce sens que (i) il contribue de façon surprenante à l'obtention de la rigidité, du "claquant" et du "sonnant" du papier (il joue le rôle d'agent de rigidification ce qui est important car l'on sait que l'augmentation de la charge introduite dans le support nuit entre autres choses à la rigidité du papier : un papier trop mou "passe mal" sur une offset rapide), (ii) il remplace avantageusement les latex qui sont des liants chers, et (iii) facilite le repulpage des cassés.

Dans le domaine des revêtements les liants préférés sont l'amidon comme indiqué ci-dessus, et surtout les latex, notamment les latex acryliques tels que L9 et L10 et les latex styrène-butadiène tels que L12 et L13 (voir tableau III).

5 Il est essentiel que, lors de la mise en oeuvre du stade 1, le flocculant soit introduit avant et après l'ajout du liant. Avant l'ajout de liant, il permet (i) la cationisation des fibres et, quand une charge minérale non liante est présente, la précipitation de ladite charge sur les fibres, et (ii) la flocculation du liant quand celui-ci est incorporé au mélange constitué par
10 les fibres et le flocculant ou par les fibres, la charge et le flocculant. Après l'ajout du liant, il complète la flocculation de celui-ci, renforce la cohésion des floccs, améliore la rétention globale et favorise l'égouttage.

15 Bien entendu, on peut utiliser, soit le même agent flocculant avant et après l'ajout de liant, soit encore des agents flocculants différents, soit enfin des mélanges d'agents flocculants.

Parmi les flocculants qui conviennent, on peut notamment mentionner les sels métalliques tels que notamment les sels
20 d'aluminium, de fer (II), de fer (III), de zinc et de chrome tels que les halogénures, sulfates et phosphates, et les autres substances indiquées dans le tableau IV ci-après. Le flocculant préféré selon l'invention est le polychlorure d'aluminium qui est une substance également connue sous le nom d'hydroxychlorure d'aluminium, ayant
25 pour formule générale $(HO)_y Al Cl_x$ et qui est notamment commercialisé par la Société Pechiney-Ugine-Kuhlmann sous le nom de marque de "WAC".

Les charges minérales non liantes qui sont introduites, le cas échéant, au stade 1 selon l'invention, sont celles qui sont
30 couramment utilisées dans l'industrie papetière et ont un diamètre de particules inférieur ou égal à 80μ . Conviennent notamment les charges minérales données dans le tableau II ci-après. La charge préférée est constituée ici par le carbonate de calcium, le talc, le kaolin et leurs mélanges, le diamètre des particules étant avant-
35 tageusement compris entre 2 et 50μ . Sans sortir du cadre de l'in-

vention, on peut utiliser une charge enrobée au moyen d'une substance polymère améliorant la rétention de ladite charge ; à cet effet, on peut utiliser des charges enrobées et prêtes à l'emploi, ou encore procéder à l'enrobage des charges avant leur incorporation dans la suspension aqueuse des fibres.

Comme indiqué plus haut la quantité de charge minérale non liante pourra être fonction de l'application envisagée.

Par exemple on pourra obtenir une feuille fibreuse ayant un grammage notamment compris entre 350 et 800 g/m², destinée à être utilisée dans le domaine des revêtement en remplacement de l'amiante quand R est compris entre 2 et 9 et avantageusement 3 et 9.

Par exemple également on pourra obtenir une feuille fibreuse ayant un grammage compris entre 40 et 400 g/m², notamment 40-200 g/m², destinée à être utilisée dans le domaine des supports d'impression-écriture et des papiers spéciaux, quand R est compris entre 0 et 9 et avantageusement entre 0,2 et 9. Sont inclus dans ce cas les papiers classiques qui ont un R compris entre 0,2 et 0,7 et dont on améliore les propriétés mécaniques selon l'invention, d'une part, et les papiers très chargés ayant un R compris entre 2 et 9 et avantageusement 3 et 9 pour lesquels, selon l'invention, on a remplacé une grande partie des fibres par une charge moins chère que lesdites fibres tout en réglant favorablement le problème technique de la rigidité.

D'autres adjuvants classiques en papeteries peuvent intervenir, le cas échéant, au stade 1, tels que par exemple les agents hydrofugeants (également appelés agents de collage), les agents antibiotiques, les agents lubrifiants, les agents anti-mousse ou brise-mousse, les azurants optiques, les colorants de nuance. Parmi les adjuvants qui conviennent on peut notamment citer les agents hydrofugeants du tableau V et les agents auxiliaires tels que les substances A7 (azurant optique) et A10 (anti-mousse) du tableau VII.

Selon une caractéristique de l'invention, l'agent hydrofugeant est introduit au stade 1 après le liant organique et avant la 2ème fraction du floculant. La quantité d'agent hydrofugeant peut être comprises entre 0,05 et 10 parties, avantageusement entre 0,05 et 5, et de préférence entre 0,1 et 3 parties en poids sec pour

100 parties en poids du mélange de base, les agents hydrofugeants préférés étant les substances H1 et H4 du tableau V.

Si nécessaire, on introduit au stade 1, en même temps que l'agent hydrofugeant ou après celui-ci, au moins un agent auxiliaire choisi notamment parmi l'ensemble constitué par les agents de résistance à l'état humide (0,1 à 5 parties en poids pour 100 parties en poids du mélange de base), les agents anti-mousse (0,05 à 0,2 partie en poids pour 100 parties en poids du mélange de base), les azurants optiques (0,1 à 0,3 partie en poids pour 100 parties en poids du mélange de base), les colorants de nuance (en quantité suffisante) et, le cas échéant, les agents lubrifiants (0,2 à 5 parties en poids pour 100 parties en poids du mélange de base : par exemple 0,2 à 3 parties en poids si R est faible, et 1 à 5 parties en poids si R est relativement plus élevé).

La feuille obtenue au stade 1 est soumise, si nécessaire, à un ou plusieurs traitements complémentaires, sur machine à papier ou hors machine à papier, pour notamment :

A) améliorer l'aspect, l'uni de surface, augmenter (le cas échéant) la résistance superficielle et uniformiser les propriétés porométriques de la feuille pour une meilleure aptitude à l'impression ;

B) diminuer le pouvoir absorbant vis-à-vis de l'eau, et éventuellement des solvants et des plastifiants ;

C) obtenir une blancheur et/ou une opacité et/ou une brillance plus élevée ;

D) renforcer les propriétés mécaniques à l'état sec et/ou humide ;

E) augmenter la rigidité ; et

F) obtenir les propriétés particulières telles qu'ignifugation, anti-adhérence, ingraissabilité, thermoscellabilité, et des effets spéciaux tels que effets barrières et imputrescibilité (résistances aux champignons et aux bactéries).

Les moyens à mettre en oeuvre, dans ce but, sont notamment la size-press ou presse encoleuse, les coucheuses à rouleaux (roll coater, reverse roll), les coucheuses à lame métallique, à lame d'air, ou encore les coucheuses à racle. A ces moyens, s'ajoutent

les moyens de transformation de l'aspect de surface (lissage, calandage et/ou grainage).

D'une manière générale le stade 2 est caractérisé en ce que l'on apporte au moins une substance choisie parmi l'ensemble constitué par les charges minérales, les liants organiques et les adjuvants classiques en papeteries tels que notamment les agents d'encollage, les agents dispersants, les pigments, les agents fluorescents, les colorants de nuancement, les agents lubrifiants, les agents modificateurs de viscosité, les agents anti-mousse, les agents insolubilisants et les antibiotiques.

Bien entendu le stade 2 est mis en oeuvre en fonction des objectifs recherchés. Pour l'impression-écriture on vise en particulier l'uni de surface et la qualité de l'imprimabilité. Pour la fabrication de papiers spéciaux on vise certaines propriétés telles qu'ignifugation, imputrescibilité, résistance aux huiles, hydrophobie, thermoscellabilité, anti-adhérence, colorations, conductivité et résistivité, résistance à l'éradication chimique et physique, effet barrière vis-à-vis des solvants, des cires et des paraffines. Pour le remplacement de l'amiante on recherche notamment la diminution du pouvoir absorbant vis-à-vis de l'eau, des solvants et des plastifiants, la stabilité dimensionnelle, l'imputrescibilité et, le cas échéant, l'ignifugation.

Du point de vue pratique on utilisera au stade 2 au moins un liant notamment un liant du tableau VI donné ci-après, et, le cas échéant, au moins une substance choisie parmi les charges minérales non liantes (telles que décrites ci-dessus au stade 1) les agents auxiliaires (tels que ceux donnés dans le tableau VII ci-après), et les adjuvants spéciaux (tels que ceux donnés dans le tableau VIII ci-après).

Au stade 2, parmi les produits qui conviennent pour améliorer les qualités d'imprimabilité de la feuille fibreuse, on peut citer pour le surfaçage ou l'encollage, notamment les dérivés cellullosiques comme les amidons, la carboxyméthylcellulose, l'éthylcellulose, les alginates, les liants naturels ou synthétiques, tels que l'alcool polyvinylique, la gélatine, la caséine, les dextrines

les polymères ou copolymères en émulsion. Ces produits peuvent être combinés à un agent d'encollage classique de la papeterie comme les alkylcétènes dimères, les émulsions de cires et/ou de paraffine, les dispersions de matières plastiques styréniques, acryliques, vinyliques, acrylonitriles, styrène-butadiène, les complexes de chrome trivalent d'acide stéarique ou acides gras saturés, les organo-polysiloxanes.

La feuille fibreuse peut être, au stade 2, enduite une ou plusieurs fois, sur une ou deux faces avec une couche pigmentée. Parmi les produits qui conviennent pour la réalisation du bain de couchage, on peut notamment citer : les charges classiques de la papeterie comme celles du mélange de base. Pour cet usage, les particules doivent être plus fines : on utilisera de préférence des pigments avec 70 à 95% de particules inférieures ou égales à 5 μ . Ces charges sont généralement préalablement dispersées avec des dispersants minéraux (polyphosphates de sodium) et/ou des dispersants organiques (polyacrylates notamment), et doivent être associées à un ou plusieurs liants naturels ou synthétiques.

La quantité de matière sèche déposée au stade 2 peut être variable, et comprise notamment entre 1 et 150 g/m^2 , compte tenu des différents moyens d'enduction utilisables et des propriétés finales requises. A titre indicatif, en size-press non pigmentée, on pourra appliquer 1 à 10 g/m^2 de matières sèches. Par couchage pigmenté avec une racle Champion on pourra appliquer entre 3 et 30 g/m^2 de matières sèches sur une face en un seul passage. Sur une lame d'air on pourra appliquer 5 à 40 g/m^2 de matières sèches sur une face en un seul passage.

En lame traînante rigide ou souple, on pourra appliquer 5 à 40 g/m^2 de matières sèches sur une face en un seul passage.

Parmi les produits qui conviennent pour diminuer le pouvoir absorbant vis-à-vis de l'eau, et éventuellement des solvants et des plastifiants, on peut notamment utiliser les agents d'encollage classiques de la papeterie déjà mentionnés ci-dessus.

Parmi les produits qui conviennent pour renforcer les

caractéristiques physiques à l'état sec et/ou humide on peut notamment utiliser les liants naturels ou synthétiques, et les agents de résistance à l'état humide déjà mentionnés ci-dessus.

Parmi les produits qui conviennent pour améliorer les propriétés d'ininflammabilité en favorisant au contact de la flamme la formation d'une structure charbonneuse, on peut notamment citer les composés azotés (en particulier les résines urée-formol et mélamine-formol) les dérivés du bore (en particulier, le borate d'ammonium, l'acide borique et ses sels métalliques) le sulfamate d'ammonium et les dérivés d'antimoine. Bien entendu, l'agent d'ignifugation renforce, si nécessaire, les propriétés de résistance au feu qui sont conférées par la charge minérale introduite au stade 1, et, le cas échéant, par la charge minérale introduite au stade 2. De façon avantageuse, on utilisera 2 à 15 partie en poids d'agent d'ignifugation pour 100 parties en poids de feuille fibreuse à traiter.

Parmi les produits qui conviennent pour améliorer l'anti-adhérence, on peut notamment citer les organo-polysiloxanes, les complexes de chrome trivalent d'acide stéarique ou acide gras saturés et les cires. De façon avantageuse, on utilisera 0,1 à 5 g d'agent anti-adhérent par m² de feuille fibreuse à traiter.

Parmi les produits qui conviennent pour améliorer l'ingraissabilité, on citera notamment le phosphate d'ammonium bis-(N-éthyl-2-perfluoroalkyl-sulfonamide d'éthyle)(nom commercial : Scotchban). De façon avantageuse, on utilisera 0,5 à 1% en poids d'un tel agent par rapport au poids de la feuille fibreuse à traiter.

Les propriétés barrières et/ou thermoscellables de la feuille fibreuse peuvent être obtenues par enduction 1 ou 2 faces avec des polymères ou copolymères en émulsion et notamment avec les copolymères éthylène-acétate de vinyle, les copolymères acryliques, les copolymères de chlorure de vinylidène.

La résistance au développement des moisissures et des champignons peut être obtenue par un traitement complémentaire en surface avec un agent bactéricide et/ou fongicide classique de la papeterie.

Grâce au stade 1, on obtient par voie papetière une feuille fibreuse à partir de fibres, d'un flocculant, d'un liant, et

le cas échéant, d'une charge minérale, caractérisée en ce qu'elle renferme :

- 100 parties en poids d'un mélange de base choisi parmi l'ensemble constitué par (i) les fibres seules quand il n'y a pas de charge minérale non liante, et (ii) les fibres et la charge minérale non liante quand celle-ci est présente ;
- 0,02 à 10 parties en poids d'agent flocculant ;
- 0,2 à 30 parties en poids de liant ; et le cas échéant,
- 0,05 à 10 et avantageusement 0,05 à 5 parties en poids d'agent hydrofugeant ;

et en ce que le rapport pondéral (R) charge minérale non liante-fibres est compris entre 0 et 9.

Après le stade 2, on obtient une feuille fibreuse à laquelle on a notamment apporté par enduction, imprégnation au moins un liant et, le cas échéant, au moins une substance choisie parmi les charges minérales non liantes, les agents auxiliaires et les adjuvants spéciaux.

Le meilleur mode de mise en oeuvre du procédé de l'invention a été décrit ci-après.

20 Stade 1.

On met les fibres en suspension à 10-50 g/l et en particulier à 30-50 g/l dans de l'eau [si on utilise des fibres cellulosiques celles-ci auront été préalablement défibrées et raffinées à un degré S.R. de 15 à 65 (par exemple un S.R. de 15 à 60 et avantageusement de 15-15,5 à 40-45 quand R est compris entre 2 et 9, et un S.R. de 30 à 65 quand R est inférieur à 2 et notamment compris entre 0,2 et 0,7) ; si on utilise des fibres de sulfate de calcium celles-ci seront mises en suspension dans de l'eau saturée en sulfate de calcium (2 à 3 g/l) et toutes les eaux de dilution seront également saturées en sulfate de calcium ; si on utilise des fibres d'une autre nature (fibres minérales et fibres organiques synthétiques), celles-ci seront soit défibrées séparément, soit dispersées sous forte agitation dans un cuvier renfermant les fibres cellulosiques raffinées ; pour certaines applications où le degré S.R. n'est pas très élevé (S.R. inférieur à 35) il peut être avantageux de raffiner ensemble les fibres cellulosiques et les fibres organiques synthétiques. La charge minérale sous forte agita-

tion est mise en suspension dans l'eau à 300-600 g/l dans une deuxième cuve puis mélangée avec les fibres dans un rapport pondéral charge-fibres compris entre 0,2 et 9 (une partie de la charge minérale peut provenir, le cas échéant, de la réinsertion de papiers déjà chargés
5 tels que les vieux papiers et les cassés machine). On obtient ainsi le mélange de base.

Le flocculant minéral ou synthétique généralement cationique est dilué dans de l'eau de 1 à 10 fois, puis est introduit dans le mélange constitué par les fibres et la charge minérale non
10 liante, à la dose de 0,01 à 4, notamment 0,01 à 3 parties en l'état pour 100 parties en poids du mélange de base. On utilisera avantageusement un flocculant minéral et de préférence le polychlorure d'aluminium.

Le liant, de préférence l'amidon natif pour l'application impression-écriture, après avoir été préalablement cuit à 80-90°C,
15 ou un latex en émulsion aqueuse (pour l'application revêtement, est alors incorporé dans le mélange sous agitation, à une concentration comprise entre 15 et 100 g/l soit en discontinu, soit de préférence, en continu, dans les circuits de tête avant les autres adjuvants.
20 Peuvent être alors incorporés, soit en discontinu dans un cuvier de mélange, soit en continu dans les circuits de tête : un agent d'hydrofugation, un agent d'azurage, un ou des colorants de nuancement, un agent anti-mousse, ou brise-mousse, et éventuellement le lubrifiant.

On incorpore de nouveau avant la caisse de tête,
25 l'agent flocculant (à la dose de 0,01 à 6, notamment de 0,01 à 5 parties en poids, pour 100 parties en poids du mélange de base) qui, généralement à ce stade, est encore un flocculant minéral, notamment le polychlorure d'aluminium qui a un rôle important sur la flocculation, la rétention et l'égouttage. Ces deux dernières propriétés peuvent être, le cas échéant, améliorées en ajoutant également un agent
30 de rétention classique de la papeterie.

Les additifs suivants : agents de résistance à l'état humide et antibiotiques (bactéricides et/ou fongicides) sont préférentiellement introduits dans le mélange de base avant le liant.

35 La suspension résultante est essorée sur une toile d'une machine à papier. La nature de la toile aura un rôle important sur la rétention en fonction du grammage de la feuille minérale et de la

vitesse de fabrication. On peut par exemple utiliser des toiles avec des armatures tissu uni, tricot, retors simple. On pourra utiliser par exemple des toiles de tissu uni 28 x 22 cm, 28 x 24 cm, 32 x 26 cm, 36 x 32 cm, ou des toiles maillon 26 x 25 cm, 28 x 27 cm. Pour le remplacement de l'amiante et pour des épaisseurs de matériaux supérieures à 400 μ , l'essorage pourra être effectué sous une charge linéaire faible de 0,5 à 35 kg/cm.

Après formation de la feuille, on procède à un pressage classique en partie humide au moyen d'une ou plusieurs presses coucheuses, presses montantes, presses offset ou presses multiples, les presses étant habillées ou nues, puis au séchage.

La feuille fibreuse obtenue au stade 1 peut avoir un grammage variable en fonction des applications recherchées. On pourra avoir ainsi un grammage compris entre 40 et 800 g/m². On observe que la feuille fibreuse du stade 1 est séchée beaucoup plus rapidement qu'une feuille de papier cellulosique classique. En effet, il est possible de gagner, dès les premiers sécheurs, plus de 20 points de siccité. Cet avantage est très appréciable et permet un gain substantiel de production et une diminution de la consommation d'énergie.

20 Stade 2.

On soumet la feuille obtenue au stade 1 à un ou plusieurs traitements sur machine à papier ou hors machine à papier.

Les quantités de matières déposées sur la feuille fibreuse au cours de ces traitements de surface sont très variables et dépendent évidemment des objectifs recherchés et des moyens de fabrication mis en oeuvre. Dans les applications traditionnelles d'impression-écriture, ces traitements de surface peuvent être du type de ceux couramment employés sur les supports cellulosiques. Pour les applications spéciales, leur nature sera fonction des propriétés souhaitées. En général, on utilisera des bains aqueux de 10 à 600 g/l.

D'autres avantages et caractéristiques seront mieux compris à la lecture qui va suivre d'exemples non limitatifs mais donnés à titre d'illustration.

Exemple 1.Stade 1.

On prépare une suspension de fibres de gypse aciculaire de 1,5 mm de longueur moyenne à une concentration de 10 à 50 g/l dans de l'eau saturée en CaSO_4 (environ 2 à 3 g/l) et de fibres cellulosiques (pulpées et raffinées pour un niveau d'engraissement de 15 à 35 degrés S.R.). Pour 100 parties en poids d'un mélange de base [comprenant 2 à 9 parties en poids de charge minérale (kaolin) et 1 partie en poids de fibres (55 à 90% en poids de fibres de gypse aciculaire et 45 à 10% en poids de fibres cellulosiques)] on introduit successivement les additifs suivants pour fabriquer une feuille sur machine à papier :

	floculant P5.....	2	parties en poids
	liant L8.....	0,5	partie en poids
15	liant L9.....	20	parties en poids sec
	hydrofugeant H5.....	1	partie en poids
	anti-mousse A10.....	0,1	partie en poids
	floculant P1 (permet de régler le pH à 6-7).....	0,5	partie en poids
20	floculant P18.....	0,5	partie en poids
	floculant P2.....	0,5	partie en poids
	lubrifiant A9.....	0,5	partie en poids
	et		
	1,4-bis-(bromoacétoxy)-2-butène		
25	(bactéricide).....	500 g	pour 1 tonne de matériau fabriqué
	8-hydroxyquinoléinate de cuivre (fongicide).....	500 g	pour 1 tonne de matériau fabriqué
30	Sulfate de calcium.....	pour saturation à 2-3 g/l de toutes les eaux de dilution.	

Remarque : le bactéricide et le fongicide sont incorporés de préférence au mélange de base avant le floculant (1ère fraction) et le liant.

On essore faiblement en partie humide puis sèche. On fabrique ainsi une feuille souple de 350 à 800 g/m².

Stade 2.

La feuille ainsi obtenu est imprégnée au moyen d'un bain aqueux comprenant 200 à 400 g/l de la formulation suivante : agent ignifugeant [sulfamate d'ammonium-

5	phosphate d'ammonium-borate d'ammonium (1:1:1) en poids] S7.....	100	parties en poids
	émulsion de paraffine.....	3 à 20	parties en poids
	hydrate d'alumine.....	10 à 50	parties en poids
	A2.....	0,3 à 0,5	partie en poids
10	agent anti-mousse.....	0,1 à 0,3	partie en poids
	et		
	méthylène-bis-thiocyanate.....	1 500 à 2 500 g	pour 1 tonne de matériel fabriqué
	2-(thiocyanométhylthio)-benzothiazole.....	1 500 à 2 500 g	pour 1 tonne de matériel fabriqué

15

La reprise souhaitée est de 20 à 50 g/m² après séchage. Le matériel ainsi obtenu peut être, le cas échéant, légèrement lissé. On obtient une feuille minérale ayant des propriétés ignifuges et utile dans le domaine du remplacement

20

Exemple 2.Stade 1.

A partir de 100 parties en poids du mélange de base [talc-fibres cellulosiques dans le rapport pondéral (3:1) à (9:1)] et des additifs suivants :

25

	colorant direct.....	0,2	partie en poids
	agent flocculant P9.....	3	parties en poids
	liant L12.....	15	parties en poids sec
	hydrofugeant H1.....	0,2	partie en poids
30	floculant P18.....	0,4	partie en poids
	floculant P5.....	0,2	partie en poids
	anti-mousse.....	0,1	partie en poids
	lubrifiant All.....	0,5	partie en poids

et

disulfure de tétraméthylthiourée 500 g pour 1 tonne de
matériau fabriqué

p-hydrobenzoate d'alkyle (en C_2-C_3) 500 g pour 1 tonne de
matériau fabriqué

on fabrique une feuille de 350 à 800 g/m² après essorage et séchage.

Stade 2

La feuille ainsi obtenue est imprégnée au moyen d'un

5 bain aqueux comprenant 300 à 500 g/l de la formulation suivante :

charge C 9	100 parties en poids
agent dispersant A1	0,15 partie en poids
liant L 16	0,2 partie en poids
ignifugeant S 7	30 parties en poids
antimousse A 10	0,1 partie en poids
10 auxiliaire A 3	10 parties en poids
hydrofugeant H 2	5 parties en poids
agent lubrifiant A 8	2 parties en poids

et

2-(4-thiazolyl)-benzimidazole 1500 à 2000 g pour 1 tonne
de matériau fabriqué

1,4-bis-(bromoacétoxy)-2-butène 1500 à 2000 g pour 1 tonne
de matériau fabriqué.

15 La reprise souhaitée est de 10 à 50 g/m² (en matière
sèche). On obtient un produit de remplacement de l'amiante ayant des
propriétés ignifuges.

EXEMPLE 3

La feuille obtenue au stade 1 de l'exemple 2 est traitée
au moyen d'un bain d'imprégnation aqueux renfermant 200 à 400 g/l de
la formulation suivante :

20 liant L 10	100 parties en poids
charge C 2	40 parties en poids
agent antimousse A 10	0,1 partie en poids
hydrofugeant H 2	5 parties en poids
lubrifiant A 9	2 parties en poids, et,
2-(thiocyanométhylthio)-benzothia-	
25 zole	1500 à 2000 g pour 1 tonne de matériau fabriqué.

zinc pyridinethione 1500 à 2000 g pour 1 tonne de
matériau fabriqué

La reprise souhaitée après séchage est de 20 à 40 g/m².

On obtient un produit utile pour le remplacement de l'amiante et non ignifugé.

EXEMPLE 4

On disperse du talc (500 g/l) de l'eau sous forte agitation, puis on l'incorpore dans une dispersion de fibres cellulose-
5 ques raffinées à un degré S.R. compris entre 15 et 35. Pour 100 parties en poids d'un mélange de base [comprenant 2 à 9 parties en poids de talc et 1 partie en poids de fibres cellulose-
duites successivement les additifs suivants pour fabriquer une feuille sur machine à papier :

10	floculant P 9	3 parties en poids
	liant L 1	2 parties en poids
	liant L 10	10 parties en poids
	hydrofugeant H 1	2 parties en poids
	floculant P 18	0,3 partie en poids
15	anti-mousse A 10	0,1 partie en poids
	floculant P 1	0,5 partie en poids
	floculant P 2	0,5 partie en poids
	lubrifiant A 9	0,2 à 4 parties en poids

et,

	bactéricide	1500 à 2000 g	} pour 1 tonne de matériau fabriqué
20	fongicide	1500 à 2000 g	

On fabrique après égouttage, pressage, puis séchage une feuille de 350 à 800 g/m² qu'on lisse, le cas échéant, en bout de machine à papier. On obtient un produit de remplacement de l'amiante non ignifugé.

EXEMPLE 5

La feuille obtenue à l'exemple 4 est soumise à un traitement de finition selon les modalités opératoires décrites respectivement à l'exemple 1 (stade 2), à l'exemple 2 (stade 2) et à l'exemple 3,
25 on obtient ainsi trois feuilles minérales imprégnées constituant de bons produits de remplacement de l'amiante.

EXEMPLE 6

On procède comme indiqué à l'exemple 4 à partir d'un mélange de base comprenant du kaolin (3 à 9 parties en poids) et des fibres cellulosiques (1 partie en poids) faiblement raffinées (degré S.R. compris entre 15 et 35), on obtient une feuille minérale de propriétés analogues à celle de l'exemple 4.

La finition de cette feuille est réalisée par imprégnation comme indiqué à l'exemple 5. On obtient un produit de remplacement de l'amiante.

EXEMPLE 7

On procède comme indiqué à l'exemple 4 à partir d'un mélange de base comprenant du talc (2 à 9 parties en poids) et un mélange de fibres F 22 (1 partie en poids) constitué de fibres cellulosiques (95 % en poids) et de fibres de verre (5 % en poids). On obtient une feuille minérale que l'on peut imprégner selon les modalités décrites à l'exemple 5 pour le remplacement de l'amiante.

EXEMPLE 8

On prépare une feuille minérale selon le procédé décrit à l'exemple 4 à partir de 100 parties en poids d'un mélange de base [talc - fibres cellulosiques (85 : 15) en poids] à la différence que les 10 parties en poids de liant L 10 de l'exemple 4 sont remplacées par 5 parties en poids de liant L 1 (quantité totale de L 1 : 7 parties en poids). Cette feuille est imprégnée comme indiqué à l'exemple 5. On obtient un produit de remplacement de l'amiante.

EXEMPLE 9

On prépare une feuille minérale selon le procédé de l'exemple 4 à partir de 100 parties en poids d'un mélange de base [kaolin-fibres cellulosiques (80 : 20) en poids] à la différence que le liant L10 de l'exemple 4 est remplacée par une quantité équivalente de polychloroprène.

Cette feuille présente une meilleure résistance à la flamme que celle du matériau de l'exemple 4. Bien entendu, elle est imprégnée comme indiqué à l'exemple 5. On obtient un produit de remplacement de l'amiante.

EXEMPLES 10 à 16

Plusieurs feuilles minérales destinées au remplacement de l'amiante ont été préparées à partir des mélanges de base et des autres ingrédients donnés dans le tableau IX où ont été également consignés les produits de comparaisons (CP 1 - CP 4).

- 5 Le produit de l'exemple 10 est une feuille qui présente d'excellentes propriétés mécaniques à l'état sec et à l'état humide. Par rapport à une feuille selon l'invention préparée avec les mêmes ingrédients mais sans fibres de polyéthylène (le mélange F 21 comprenant 16 parties en poids de F1 et 9 parties en poids de F 11, étant
- 10 remplacé par 25 parties en poids de F 1), la feuille de l'exemple 10 conduit à une amélioration de la cohésion interne (de 40 %), de la résistance à la traction (de 15 %) et de la stabilité dimensionnelle (de 30 à 40 %).

- Des essais ont été entrepris pour étudier l'importance de l'utilisation du flocculant avant et après le liant. Des formettes
- 15 (sans lubrifiant) ont été préparées pour comparer les feuilles selon l'invention avec des feuilles préparées avec les mêmes ingrédients mais en incorporant tout le flocculant avant ou respectivement après le liant. Les résultats du tableau X ci-après montrent que pour obtenir le même grammage que exemple 11 et respectivement exemple 15,
- 20 CP 1 et CP 2 et respectivement CP 3 et CP 4 conduisent à des pertes sous toile importantes. De plus, la préparation de CP 1 et CP 2 entraîne un ralentissement de l'égouttage de 30 à 70 % (pour CP 1) et de 10 à 15 % (pour CP 2) par rapport à exemple 11.

- Dans le tableau XI ci-après on a comparé les propriétés
- 25 physiques et mécaniques de feuilles minérales selon l'invention avec une feuille d'amiante, ici les exemples 1-4 ayant été obtenus à partir d'un mélange de base de rapport R (85:15), et l'exemple 12 d'un rapport R (83:27).

- Dans le tableau XII ci-après on a comparé, en ce qui
- 30 concerne l'isolation acoustique, une feuille (A) de 400 g/m² et de 0,6 mm d'épaisseur préparée selon le procédé de l'exemple 4 [à partir d'un mélange de base talc - fibres cellulosiques (85 : 15) en poids] avec une feuille d'amiante (B) de 400 g/m² et de 0,6 mm d'épaisseur. Les résultats concernent les feuilles A et B et les matériaux obtenus par contrecolage de A ou B sur plusieurs supports (placoplâtre,

fibrociment et aggloméré de bois), et sont exprimés en décibels (dB) en fonction de la fréquence (Hz) de la source sonore.

Enfin, l'isolation thermique a été déterminée selon la technique suivante : une plaque chauffante est disposée entre deux échantillons identiques dont on veut mesurer la conductibilité thermique ; l'ensemble est pressé entre deux plaques métalliques maintenues à température constante ; des thermocouples mesurent en permanence la différence de température entre la plaque chauffante et chacune des plaques externes ; la plaque chauffante est alimentée en puissance constante puis lorsque le régime permanent est atteint, la distribution de température est linéaire à l'intérieur du matériau à étudier, et la conductibilité thermique s'exprime par la relation.

$$\lambda = \frac{Q}{Z} \times \frac{e}{S} \times \frac{1}{\Delta t} \quad \text{en cal/cm. s.}^\circ\text{C}$$

où

Q est la puissance dissipée (en calorie/seconde),
S est la surface de l'échantillon (en cm²)
e est l'épaisseur de l'échantillon (en cm), et
Δt est le gradient de température en °C

Du point de vue de l'isolation thermique, la feuille A selon l'invention ($\lambda = 13,8 \times 10^{-5}$ cal/cm.s.°C) est beaucoup plus intéressante que la feuille d'amiante B ($\lambda = 26,5 \times 10^{-5}$ cal/cm.s.°C).

L'ensemble de ces résultats et de ceux des tableaux XI et XII permet de conclure que les feuilles minérales selon l'invention ont des propriétés supérieures ou égales à celles de l'amiante.

Du point de vue pratique, les feuilles selon les exemples 1 à 16 sont utilisables notamment pour revêtements de sols et muraux. Les feuilles ignifugées le cas échéant, peuvent être contrecollées notamment sur des panneaux de placoplâtre en vue de la réalisation de plafonds de sécurité.

EXEMPLE 17

En procédant comme indiqué à l'exemple 4, on prépare une feuille de 80 g/m² qu'on lisse, le cas échéant, en bout de machine à papier. Cette feuille est utilisable comme support de base pour impression-écriture.

EXEMPLES 18 - 20

La feuille obtenue à l'exemple 17 est soumise à un traitement complémentaire selon les modalités de l'exemple 1 (stade 2), de l'exemple 2 (stade 2) et respectivement de l'exemple 3 ; on obtient trois feuilles minérales utilisables dans le domaine de l'impression-écriture.

5 EXEMPLE 21

On procède comme indiqué à l'exemple 4 en préparant une feuille de 80 g/m² à partir d'un mélange de base comprenant du kaolin (3 à 9 parties en poids) et des fibres cellulosiques faiblement raffinées (degré S.R. compris entre 15 et 35). On obtient une feuille
10 minérale ayant des propriétés analogues à celles de l'exemple 17 et qui peut être soumise à un des traitements complémentaires des exemples 18 à 20.

EXEMPLE 22

On prépare une feuille de 80 g/m² selon les modalités données à l'exemple 7 à partir d'un mélange de base comprenant 2 à 9 parties en poids de talc et une partie en poids de fibre F 22. On obtient
15 une feuille minérale que l'on peut traiter selon les modalités des exemples 18 à 20.

EXEMPLE 23

On prépare selon l'exemple 4 une feuille minérale de 80 - 120 g/m². Cette feuille est enduite en size-press avec un bain aqueux d'amidon à 100 g/l pour une reprise (en matière sèche) de 2 à
20 4 g/m². On procède ensuite à un couchage sur une face ou les 2 faces de cette feuille au moyen d'un bain pigmenté renfermant 400 à 500 g/l de la formulation suivante :

	kaolin (dont 90 % des particules ont un diamètre inférieur ou égal à 2 μ).....	85 parties en poids
25	carbonate de calcium	15 parties en poids
	dispersant	0,15 partie en poids
	NaOH (en paillettes)	0,2 partie en poids
	liant L 6	15 parties en poids
	liant L 14	2 parties en poids
	liant L 13	10 parties en poids
30	résine mélamine-formol A 3	1 partie en poids

lubrifiant (dérivé d'acide gras) A 8 .. 0,5 partie en poids
 azurant optique A 7 0,2 partie en poids

La reprise en matière sèche est de 10 à 20 g/m² par face (le cas échéant, le bain peut comporter un ou plusieurs colorants de nuancement).

- 5 Le matériau résultant est, après séchage, lissé puis calandré. Il présente une bonne aptitude à l'impression offset. Le cas échéant, il peut être à nouveau couché hors machine à papier, notamment au moyen d'une lame d'air, d'un trailing blade ou d'un roll coater.

EXEMPLE 24

- On procède comme indiqué à l'exemple 8 pour préparer
 10 une feuille de 80-120 g/m². Cette feuille est ensuite traitée selon les modalités d'un des exemples 18 à 20 pour donner un support d'impression-écriture.

EXEMPLE 25

On prépare une feuille de 40-200 g/m² selon les modalités décrites à l'exemple 9. Cette feuille est ensuite traitée selon les modalités d'un des exemples 18 à 20 pour donner un support d'impression-écriture.

15 EXEMPLE 26

- On prépare selon l'exemple 4 une feuille minérale de
 93 g/m² à partir d'un mélange de base [talc - fibres cellulosiques
 (85 : 15) en poids]. Cette feuille est enduite en size-press avec un
 bain aqueux d'amidon (100 g/l) renfermant un azurant optique et un colo-
 20 rant bleu de nuancement (en quantité suffisante) pour une reprise en matière sèche de 2 g/m². On obtient après lissage une feuille de papier pour impression - écriture ayant les propriétés suivantes :

	poids	95 g/m ²
	épaisseur	69 µ
	main	0,73
	porosité AFNOR	0,46 - 0,47
25	Cobb à l'eau (1 mn)	8
	blancheur (Photovolt)	80
	opacité (Photovolt)	86
	lissé (Bekk)	250

EXEMPLES 27 à 37

En mettant en oeuvre le stade 1 à partir des quantités données dans le tableau XIII, on obtient des supports ayant une très bonne stabilité dimensionnelle (taux de cendres élevé), un bon à plat, et une opacité de 83 à 85 pour des grammages variables entre
5 65 à 70 g/m². Ces supports de couche sont très acceptables pour l'impression-écriture et ont un coût inférieur à celui des supports classiques dans ce domaine.

Dans le tableau XIII, les quantités du mélange de base (charge minérale et fibres) sont exprimées en parties en poids, et les quantités de tous les autres ingrédients sont exprimées en
10 pourcentage en poids par rapport au poids du mélange de base.

La feuille de l'exemple 37 convient parfaitement comme support de base pour revêtement mural.

EXEMPLES 38 à 57

A partir des exemples 27 à 37, en mettant en oeuvre le stade 2 selon les modalités du tableau XIV (où la concentration
15 et la composition du bain de traitement ont été consignées), on obtient les feuilles minérales des exemples 38 à 57 du tableau XV.

Les traitements size-press confèrent à la feuille minérale une bonne tenue à l'arrachage IGT. Les héliotests sont également bons.

Parmi les applications particulières, on cite ce qui suit :

20 La feuille minérale de l'exemple 46 a au texte AFNOR (flamme alcool) une surface charbonnée < 60 cm² (classement M 1). Il n'y a pas de flamme, ni de points en ignition sur la feuille. Ce support peut être utilisé par exemple comme affiche publicitaire dans les lieux recevant le public.

25 La feuille minérale de l'exemple 47 couchée sur une face a une bonne imprimabilité et une bonne résistance aux huiles (turpentine-test > 1800 secondes). Type d'utilisation : étiquettes pour bouteilles d'huile d'autant plus que la feuille a un bon à plat, et ne se replie pas au contact de l'eau.

Les exemples 48 et 49 concernent un couché 1 face ou 2 faces pour les magazines (offset, héliotest) et un couché 1 face pour éti-

quettes (de bouteille de bière notamment).

Le support minéral de l'exemple 50, de bonne stabilité dimensionnelle, mélaminé en size-press, peut être utilisé comme support abrasif. Son avantage est indépendamment du coût inférieur du support de base, une réduction de la reprise de résine pour l'impré-
5 gnation totale (moins de fibres cellulosiques, le talc est hydrophobe).

Le support minéral de l'exemple 51 est thermoscellable et peut être utilisé dans le domaine de l'emballage.

La feuille minérale de l'exemple 52 anti-adhérente sur une face peut être utilisée comme papier transfert pour enduction de chlorure de polyvinyle ou de polyuréthane.

10 L'enduction PVDC (2 couches) confère à la feuille minérale de l'exemple 53 une bonne imperméabilité à la vapeur d'eau. Le produit obtenu est utile dans le domaine des emballages alimentaires.

Le produit de l'exemple 54 présente essentiellement une bonne souplesse, une bonne résistance aux lavages (plynomètre > 500
15 frottements), une bonne aptitude à l'impression hélioc. La présence de fibres de polyéthylène dans sa composition favorise le gaufrage profond (meilleure permanence après lavage). Ce support peut être utilisé comme revêtement mural.

La feuille de l'exemple 55 présente principalement une bonne résistance à l'eau, et est utilisable comme support diazo.

20 Dans le tableau XVI ont été indiquées les propriétés de feuilles minérales obtenues au stade 1 (exemples 27, 28 et 32).

Dans le tableau XVII on a comparé un certain nombre de feuilles obtenues au stade 2 (exemples 38, 39, 46 et 48) avec des produits de comparaison CP 5 et CP 6 (obtenus à partir d'un support cellu-
25 losique standard ayant été soumis à une size-press avec de l'amidon) et CP 7 (un couché magazine cellulosique classique). Dans cette comparaison on a constaté que "l'imprimabilité IGT" est bonne, que le classement ignifugation selon la norme AFNOR est "M 1" pour le produit de l'exemple 46 et que l'hélioc-test est "bon" pour l'exemple 48 et CP 7.

EXEMPLE 58

30 On procède comme indiqué à l'exemple 10 (cf tableau IX) pour obtenir une feuille minérale ayant un grammage de 80-120 g/m², et qui présente d'excellentes propriétés mécaniques à l'état sec et humide

en raison de la présence de fibres de polyéthylène. Cette feuille peut être traitée selon les modalités décrites dans le tableau XIV.

EXEMPLES 59 à 67

Les exemples 59 à 67 ont trait à l'obtention de feuilles fibreuses ayant un R inférieur à 2 et qui ont été préparées selon le meilleur mode de préparation donné ci-dessus.

Dans le tableau XVIII, on a indiqué les composants entrant dans la préparation des exemples 59 à 67 et des témoins CP 8 à CP 10. Dans ce tableau, on a donné, pour le stade 1, les quantités des composants exprimées en parties en poids, et pour le stade 2, la concentration en matière sèche du bain aqueux exprimée en % en poids par rapport au poids dudit bain, et les proportions respectives en parties en poids des composants constituant ladite matière sèche. La comparaison pour un grammage approximative de 80 g/m² de CP 8 et CP 9 avec les exemples 59 à 65, et la comparaison pour un grammage approximatif de 50 g/m² de CP 10 avec les exemples 66 et 67 permettent de montrer en quoi les produits selon l'invention se distinguent des produits témoins.

Les propriétés mécaniques des exemples 59 à 67 selon l'invention et des témoins CP 8 à CP 10 ont été consignées dans le tableau XIX. Les résultats obtenus soulignent l'intérêt d'introduire au stade 1 le floculant avant puis après l'ajout du liant. En bref, les exemples 59 à 65 présentent par rapport à CP 8 et CP 9 un accroissement a/ de la cohésion interne de l'ordre de 30 à 50 %, b/ de la résistance à la traction de l'ordre de 10 à 14 % et c/ de la rigidité Taber, tout en augmentant la quantité de charge minérale restant dans le papier ; les exemples 66 et 67 montrent par rapport à CP 10 que l'on peut augmenter la teneur en charge minérale et remplacer ainsi une partie des fibres, soit en conservant les mêmes propriétés mécaniques soit en augmentant lesdites propriétés mécaniques.

EXEMPLE 68

On prépare un support d'impression-écriture pour roto-offset, selon le meilleur mode de préparation donné ci-dessus.

Stade 1 :

Le stade 1 est mis en oeuvre avec les composants suivants :

fibres	F 1 = 60 parties en poids
	F 6 = 40 parties en poids
	degré SR = 45
charge	C 3 = 20 parties en poids
floculant (avant liant)	P 2 = 0,2 partie en poids
liant	L 1 = 4 parties en poids
5 hydrofugeant	H 1 = 0,1 partie en poids
auxiliaires	A 7 = 0,3 partie en poids
	A 10 = 0,05 partie en poids
floculant (après liant)	P 2 = 0,5 partie en poids
	P 5 = 0,05 partie en poids

Stade 2 :

Le stade 2 est mis en oeuvre au moyen d'un bain aqueux

- 10 renfermant à la concentration de 40 % en poids par rapport au poids total du bain, un mélange des composants suivants :

charge	C 3 = 100 parties en poids
liant	L 6 = 60 parties en poids
auxiliaires	A 1 = 0,3 partie en poids
	A 10 = 0,1 partie en poids

- 15
- la reprise est de l'ordre de 12 g/m² en poids sec ;
 - la vitesse de fabrication est de 300 m/minute ;
 - la cohésion interne est de 400 selon l'échelle de l'appareil Scott Bond ;
 - la rigidité Taber est de ST = 2,3 ; SM = 1,3

- 20 Le produit de l'exemple 68 a été comparé avec un produit témoin CP 11 utilisé de façon classique en tant que support de roto-offset et qui a été préparé en deux étapes comme indiqué ci-après.

Stade 1.

Le stade 1 a été mis en oeuvre selon le protocole opératoire du stade 1 de l'exemple 10, avec les composants suivants :

25 fibres	F 1 = 60 parties en poids
	F 6 = 40 parties en poids
	degré SR = 45
charge	C 3 = 10 parties en poids
floculant (avant liant)	néant
liant	néant

hydrofugeant	H 1 = 0,1 partie en poids
auxiliaires	A 7 = 0,3 partie en poids
	A 10 = 0,05 partie en poids
floculant	P 5 = 0,01 partie en poids

Stade 2

- Le stade 2 a été mis en oeuvre au moyen d'un bain aqueux renfermant, à la concentration de 10 % en poids par rapport au poids total du bain, un mélange des composants suivants :
- | | |
|-------------|----------------------------|
| liant | L 6 = 10 parties en poids |
| auxiliaires | A 1 = 0,3 partie en poids |
| | A 10 = 0,1 partie en poids |
- la reprise est de l'ordre de 8-10 g/m² en poids sec ;
 - la vitesse de fabrication est de l'ordre de 200 m/minute
- 10 (on ne peut pas augmenter cette vitesse pour des raisons de capacité de séchage) ;
- la cohésion interne est de 350 selon l'échelle de l'appareil Scott Bond.
 - la rigidité Taber est de ST = 1,6 ; SM = 0,8

- La comparaison de CP 11 et de l'exemple 68 montre que dans le domaine du roto-offset le procédé selon l'invention est plus performant.
- 15

EXEMPLES 69 et 70

- On a comparé les exemples 69 et 70 avec un produit témoin CP 12 (tous les trois obtenus selon les indications du tableau XX où les quantités des composants sont données en parties en poids). Les résultats comparatifs du tableau XXI montrent l'intérêt du procédé selon l'invention en ce qui concerne (i) les propriétés mécaniques et
- 20 (ii) les économies matières (remplacement des fibres chères par une charge minérale moins onéreuse).

EXEMPLES 71 et 72

- Des essais ont été entrepris pour étudier l'importance de l'utilisation du floculant avant et après le liant dans le domaine de l'impression-écriture pour un papier chargé (exemple 71 ; R < 2). Des
- 25 formettes ont été préparées selon les indications du tableau XXII où les quantités sont données en partie en poids (stade 1 seulement), les quantités totales de floculant étant identiques pour Ex.71, CP 13 et

CP 14, d'une part et pour Ex.72, CP 15 et CP 16, d'autre part. Les résultats, en ce qui concerne les pertes sous toiles, donnés dans le tableau XXIII confirment ceux du tableau X relatif au remplacement de l'amiante.

T A B L E A U I
FIBRES UTILISABLES

Références	Type de fibre
F 1	Pâte de bois résineux traitée à la soude et blanchie (a)
F 2	Pâte de bois résineux traitée à la soude et demi-blanchie (b)
F 3	Pâte de bois résineux traitée à la soude et écrue (c)
F 4	Pâte de bois résineux traitée au bisulfite et blanchie (d)
F 5	Pâte de bois résineux traitée au bisulfite et écrue
F 6	Pâte de bois feuillus traitée à la soude et blanchie
F 7	Pâte de bois feuillus traitée à la soude et demi-blanchie
F 8	Pâte mécanique écrue
F 9	Pâte mécanique blanchie
F 10	Mélange F1-F6 (80:20) en poids
F 11	Fibres de polyéthylène (de préférence 0,8 à 1 mm de longueur)
F 12	Fibres de verre (de préférence 5 à 15 μ de diamètre et 3 à 6 mm de longueur)
F 13	Fibres de sulfate de calcium ou Gypse aciculaire (de préférence de 0,5 à 3 mm de longueur)
F 14	Fibres de rayonne
F 15	Fibres de récupération
F 16	Mélange F1-F13 (50:50) en poids
F 17	Mélange F1-F11 (75:25) en poids
F 18	Mélange F1-F12 (85:15) en poids
F 19	Pâte chimique de paille blanchie
F 20	Pâte chimique d'alfa blanchie
F 21	Mélange F1-F11 (16:9) en poids
F 22	Mélange F1-F12 (95:5) en poids
F 23	Mélange F1-F11-F12 (16:9:2) en poids
F 24	Fibres de polypropylène (de préférence 0,8 à 1 mm de longueur)
F 25	Mélange F1-F12 (19:5) en poids
F 26	Laine de roche (de 0,1 à 0,3 mm de longueur)
F 27	Mélange F1-F11-F26 (16:8:3) en poids

T A B L E A U I (suite)Notes

- (a) également appelé "résineux kraft blanchi"
- (b) également appelé "résineux kraft mi-blanchi"
- (c) également appelé "résineux kraft écru"
- (d) également appelé "résineux bisulfite blanchi"

TABLEAU I I

CHARGES MINERALES POUVANT ETRE UTILISEES

Références	Type de charge
C 1	<u>Talc</u> : Silicate de magnésium complexe - Particules de 1 à 50 μ , de préférence 2 à 50 μ - Poids spécifique de 2,7 à 2,8 -
C 2	<u>Kaolin</u> : Silicate d'aluminium hydrate complexe - particules de 1 à 50 μ , de préférence 2 à 50 μ - poids spécifique 2,58 -
C 3	<u>Carbonate de calcium naturel</u> : particules de 1,5 à 20 μ , de préférence 2 à 20 μ - Poids spécifique : 2,7 -
C 4	<u>Carbonate de calcium précipité</u> : particules de 1,5 à 20 μ , de préférence 2 à 20 μ - Poids spécifique : 2,7 -
C 5	<u>Sulfate de baryum naturel</u> : particules de 2 à 50 μ - poids spécifique environ 4,4 - 4,5 -
C 5	<u>Sulfate de baryum précipité</u> : particules 2 à 20 μ - poids spécifique environ 4,35 -
C 6	<u>Silice de diatomées</u> : particules de 2 à 50 μ - poids spécifique environ 2 à 2,3 -
C 7	<u>Blanc satin</u> : sulfoaluminate de calcium hydraté
C 8	<u>Sulfate de calcium naturel</u> : particules de 2 à 50 μ - poids spécifique environ 2,32 - 2,96 -
C 9	<u>Alumine hydratée</u> : particules de 2 à 50 μ
C 10	<u>Aluminate de sodium et de calcium</u> : particules de 1 à 20 μ - poids spécifique 2,2 -
C 11	<u>Silicoaluminate de sodium</u> : particules de 1 à 20 μ - poids spécifique environ 2,12 -

T A B L E A U I I (suite)

Références	Type de charge
C 12	<u>Titane rutile</u> : particules de 0,5 à 10 μ - poids spécifique environ 4,2 -
C 13	<u>Titane anatase</u> : particules de 0,5 à 10 μ - poids spécifique environ 3,9 -
C 14	Mélange C1 - C6 (70:30) en poids
C 15	Mélange C1 - C3 (50:50) en poids
C 17	Mélange C1 - C12 (95:5) en poids
C 18	<u>Hydroxyde de magnésium</u> : particules de 2 à 50 μ

Note : Le poids spécifique est exprimé en g/ml.

T A B L E A U I I I
LIANTS POUVANT ETRE UTILISES

Références	Type de liant
L 1	Fécule native
L 2	Amidon natif notamment amidon de maïs natif
L 3	Ester phosphorique d'amidon (type Retamyl AP ou Retabond AP)
L 4	Amidon carboxyméthylé
L 5	Fécule oxydée
L 6	Fécule enzymée (enzyme : α -amylase, pour l'obtention d'une répartition des unités glucose variables entre 50 et 3000) (pour le polymère linéaire amylose)
L 7	Amidon hydroxyméthylé
L 8	Carboxyméthylcellulose technique (5 à 30 % de chlorure de sodium - degré de substitution : 0,7 - 0,8)
L 9	Polymère renfermant 87 à 90 parties en poids de motif acrylate d'éthyle, 1 à 8 parties en poids de motifs acrylonitrile, 1 à 6 parties en poids de motif N-méthylolacrylamide et 1 à 6 parties en poids de motif acide acrylique. Dispersion aqueuse à 40 - 55 %
L 10	Polymère renfermant 60 à 75 parties en poids de motif acrylate d'éthyle, 5 à 15 parties en poids de motif acrylonitrile, 10 à 20 parties en poids de motif acrylate de butyle, 1 à 6 parties en poids de motif N-méthylolacrylamide. Dispersion aqueuse à 40 - 55 %
L 11	Polymère renfermant 60 à 65 parties en poids de motif butadiène, 35 à 40 parties en poids de motif acrylonitrile et 1 à 7 parties en poids de motif acide méthacrylique. Dispersion aqueuse à 40 - 55 %
L 12	Polymère renfermant 38 à 50 parties en poids de motif styrène, 47 à 59 parties en poids de motif butadiène et 1 à 6 parties en poids de motif méthylacrylamide. Dispersion aqueuse à 40 - 55 %
L 13	Polymère renfermant 53 à 65 parties en poids de motif styrène, 32 à 44 parties en poids de motif butadiène, et 1 à 6 parties en poids de motif méthylacrylamide. Dispersion aqueuse à 40 - 55 %

T A B L E A U I V
AGENTS FLOCCULANTS

Références	Type de flocculants
P 1	Sulfate d'aluminium
P 2	Polychlorure d'aluminium (hydroxychlorure d'aluminium)
P 3	Aluminate de sodium et de calcium
P 4	Mélange d'acide polyacrylique et de polyacrylamide en solution à 5 - 30 % (poids/volume)
P 5	Polyéthylèneimine en solution à 2 - 50 % (poids/volume)
P 6	Copolymère d'acrylamide et de β -méthacryloyloxyéthyltriméthylammonium méthylsulfate
P 7	Résine polyamine-épichlorhydrine et de diamine-propylméthylamine en solution à 2 - 50 %
P 8	Résine polyamide-épichlorhydrine fabriquée à partir d'épichlorhydrine, d'acide adipique, de caprolactame, de diéthylènetriamine et/ou d'éthylènediamine, en solution à 2-50 %
P 9	Résine polyamide - polyamine-épichlorhydrine fabriquée à partir d'épichlorhydrine, d'ester diméthylque d'acide adipique et de diéthylènetriamine, en solution à 2 - 50 %
P 10	Résine polyamide-épichlorhydrine fabriquée à partir d'épichlorhydrine, de diéthylènetriamine, d'acide adipique et d'éthylèneimine.
P 11	Résine polyamide-épichlorhydrine fabriquée à partir d'acide adipique, de diéthylènetriamine et d'un mélange d'épichlorhydrine et de diméthylamine en solution à 2 - 50 %
P 12	Résine polyamide-polyamine cationique fabriquée à partir de triéthylènetriamine
P 13	Produits de condensation d'acides sulfoniques aromatiques avec le formaldéhyde
P 14	Acétate d'aluminium
P 15	Formiate d'aluminium
P 16	Mélange d'acétate, sulfate et formiate d'aluminium
P 17	Chlorure d'aluminium ($AlCl_3$)
P 18	Amidon cationique

Note : Lorsqu'il est question de solutions, il s'agit de solutions aqueuses.

T A B L E A U VHYDROFUGEANTS POUVANT ETRE UTILISES

Références	Types d'hydrofugeants
H 1	Alkylcétène dimère en solution à 5 - 12 % (poids/volume)
H 2	Emulsion de paraffine-cire à 45 - 55 % (poids/volume)
H 3	Colophane
H 4	Colophane modifiée (avec ou sans paraffine) en émulsion aqueuse à 20-50% (poids/volume)
H 5	Anhydride d'acides dicarboxyliques en solution ou dispersion à 20 - 60 % (poids/volume)
H 6	Mélange de sel d'ammonium d'un copolymère de styrène et d'anhydride maléique (50:50) et d'un copolymère d'acrylonitrile et d'acide acrylique, en solution ou dispersion à 20 - 60 % (poids/volume)
H 7	Sels d'ammonium d'un copolymère de diisobutylène, d'anhydride maléique et d'acide maléique, en solution ou dispersion à 20 - 60 % (poids/volume)
H 8	Sels d'ammonium d'un copolymère de styrène, d'acide acrylique, et d'acide maléique, en solution ou dispersion à 20 - 60 % (poids/volume)

Note : Les suspensions et dispersions sont ici des suspensions et dispersions aqueuses.

T A B L E A U V I

LIANTS POUVANT ETRE UTILISES DANS LE TRAITEMENT DE SURFACE
(du Stade 2)

Références	Types de liant
L 1 à L 13	Liants préconisés dans le tableau III pour la masse
L 14	Alcool polyvinylique
L 15	Caséine
L 16	Carboxyméthylcellulose
L 17	Gélatine
L 18	Méthyléthylcellulose
L 19	Latex styrène butadiène carboxylé - dispersion aqueuse à 40 - 55 %
L 20	Alginate
L 21	Dextrines
L 22	Copolymère à base de chlorure de vinylidène - dispersion aqueuse à 40 - 55 %
L 23	Copolymère éthylène - acétate de vinyle

T A B L E A U V I IPRODUITS AUXILIAIRES POUVANT ETRE UTILISES

Références	Types de produits auxiliaires
A 1	Polyphosphate de sodium
A 2	Méthacrylate de sodium
A 3	Mélamine-formaldéhyde
A 4	Urée-formaldéhyde
A 5	Glyoxal, en solution aqueuse à 30 - 70 % (poids/volume)
A 6	Colorants de nuance pigmentaires basiques, acides, directs
A 7	Azurant optique
A 8	Stéarate de calcium, en solution aqueuse à 30 - 50 % (poids/volume)
A 9	Stéarate d'ammonium, en solution aqueuse à 30 - 50 % (poids/volume)
A 10	Antimousse
A 11	Agent lubrifiant dérivé d'acide gras

T A B L E A U V I I I

EXEMPLES DE PRODUITS SPECIAUX POUVANT ETRE UTILISES POUR
LE TRAITEMENT DE SURFACE (au stade 2)

Références	Types de produits spéciaux
S 1	Phosphate d'ammonium bis (N-éthyl-2 perfluoroalkyl-sulfonamide) d'éthyle à 30 - 50 %
S 2	Complexes de chrome trivalent d'acide stéarique à 5 - 30 % (poids/volume) en solution alcoolique
S 3	Organopolysiloxannes, en émulsion à 30 - 50 % (poids/volume)
S 4	Sulfamate - borate d'ammonium
S 5	Catalyseur de polysiloxannes
S 6	Catalyseurs de mélamine
S 7	Sulfamate d'ammonium - phosphate d'ammonium - borate d'ammonium (1:1:1) en poids

T A B L E A U IX
(composition en parties en poids sec)

	Ex.10	Ex.11	Ex.12	Ex.13
<u>Stade 1°</u>				
fibres (°SR)	F 21 = 25 (30)	F 23 = 27 (25-30)	F 23 = 27 (25-30)	F 27 = 27 (25-30)
Charge	C1 = 75	C1 = 73	C1 = 73	C1 = 73
Floculant (avant liant)	P7 = 3	P7 = 3	P7 = 3	P10 = 2
Liant	L9 = 8	{ L5 = 2 L9 = 8	{ L5 = 2 L9 = 8	{ L1 = 2 L12 = 8
hydrofugeant	H1 = 3-5	H1 = 1	H1 = 1	H1 = 1,5
Anti-mousse	A10 = 0,2	A10 = 0,1	A10 = 0,1	A10 = 0,1
Floculant (après liant)	{ P18 = 0,2 P1=0,4-0,6 P2=0,2-1,0	{ P18 = 0,2 P1 = 0,5 P2 = 0,5	{ P18 = 0,2 P1 = 0,5 P2 = 0,5	{ P18 = 0,2 P1 = 0,5 P2 = 0,5
divers	(a)	(a)	(a)	(a)
grammage (g/m2)	450	450	450	450
<u>Stade 2°</u>	-	-	(b)	-
<u>Notes</u> (a) lubrifiant, bactéricide et fongicide comme indiqué à l'exemple 4 (b) stade 2° réalisé comme indiqué à l'exemple 3				

T A B L E A U IX : (suite 1)

(composition en parties en poids sec)

	Ex.14	Ex.15	Ex.16	CP 1
<u>Stade 1°</u>				
fibres (° S R)	F27 = 27 (25-30)	F22 = 27 (25-30)	F22 = 27 (25-30)	F23 = 27 (25-30)
charges	C1 = 73	C1 = 73	C1 = 73	C1 = 73
floculant (avant liant)	P10 = 2	P7 = 3	P7 = 3	-
liant	{ L1 = 2 { L12 = 8	{ L5 = 2 { L9 = 8	{ L5 = 2 { L9 = 8	{ L5 = 2 { L9 = 8
hydrofugeant	H1 = 1,5	H1 = 1	H1 = 1	H1 = 1
antimousse	AIO=0,1	AIO=0,1	AIO=0,1	AIO=0,1
floculant (après liant)	P18=0,2 P1 =0,5 P2 =0,5	P18=0,2 P1 =0,5 P2 =0,5	P18=0,2 P1 =0,5 P2 =0,5	{ P7 =3 { P18=0,2 { P1 =0,5 { P2 =0,5
divers	(a)	(a)	(a)	(a)
grammage (g/m2)	450	450	450	450
<u>Stade 2°</u>	(b)	-	(b)	-
Notes				
(a) lubrifiant, bactéricide et fongicide comme indiqué à l'exemple 4.				
(b) Stade 2° réalisé comme indiqué à l'exemple 3.				

T A B L E A U IX (suite 2)

(composition en parties en poids sec)

	CP 2	CP 3	CP 4
<u>Stade 1°</u>			
fibres	F23 = 27	F22 = 27	F22 = 27
(°SR)	(25-30)	(25-30)	(25-30)
charges	C1 = 73	C1 = 73	C1 = 73
floculant (avant liant)	{ P7 = 3 P18 = 0,2 P 1 = 0,5 P 2 = 0,5	-	{ P7 = 3 P18 = 0,2 P 1 = 0,5 P 2 = 0,5
liant	{ L 5 = 2 L 9 = 8	{ L5 = 2 L9 = 8	{ L 5 = 2 L 9 = 8
hydrofugeant	H 1 = 1	H 1 = 1	H 1 = 1
antimousse	AIO = 0,1	AIO = 0,1	AIO = 0,1
floculant (après liant)	-	{ P 7 = 3 P18 = 0,2 P 1 = 0,5 P 2 = 0,5	-
divers	(a)	(a)	(a)
grammage (g/m2)	450	450	450
<u>Stade 2°</u>	-	-	-

T A B L E A U X

Feuille (450 g/m ²)	pourcentage de perte sous toile par rapport au poids de la feuille	perte sous toile
Ex. 11	0 %	0 g
CP 1	10 %	45 g
CP 2	5 - 8 %	22,5 - 36 g
Ex. 15	0 %	0 g
CP 3	22 - 28 %	99 - 126 g
CP 4	22 - 28 %	99 - 126 g

TABLEAU XI

	Ex. 1, 1°) ou Ex. 2, 1°)	Ex. 1, 1°) Ex. 2, 2°) ou Ex. 3	Ex. 4	Ex. 4 puis Ex. 3	Ex. 12	Amiante
Poids en g/m ²	400	400	780	830	480	500
épaisseur en mm	0,6	0,6	0,8	0,8	0,6	0,6
densité	0,67	0,67	0,98	1,01	0,8	0,84
Porosité Afnor	15 - 20	10 - 15	10 - 15	7 - 10	7 - 10	9 - 12
Pouvoir absorbant après 24 h. dans l'eau à 23°C (en %)	45 - 50 %	45 - 50 %	30 - 40 %	95 %	40 - 50 %	50 - 60 %
Variation dimensionnelle après 24 h. dans l'eau à 23°C (en %)	0,3 - 1 %	0,3 - 1 %	0,3 - 0,7 %	0,3 - 0,5 %	0,2 - 0,3 %	0,3 - 1 %

	Ex.1,1°) 'ou Ex?2nl°)	Ex.1,2°) Ex.2,2°) ou Ex.3	Ex. 4	Ex. 4 puis Ex. 3	Ex. 12	Amiante
Variation dimensionnelle après 3 minutes à 180°C (en %)	0 à 0,3 %	0 à 0,3 %	0 à 0,3 %	0 %	0 - 0,3 %	0 à 0,3 %
Résistance à la traction à sec (en kg) sens marche sens travers	3,2 2,2	2,9 1,9	4,9 4,3	5,1 4,9	7 5,5	5,9 5,1
Allongement à la rupture : sens marche sens travers	2 % 5,2 %	1,3 % 3,5 %	3,4 % 4,9 %	4,2% 5,1 %	5 % 8 %	5,1 % 8 %
Résistance à la flamme	niveau amiante	niveau amiante (a)	niveau amiante	niveau amiante	niveau amiante (a)	-
cendres en %	70 à 74 %	70 à 74 %	70 à 74 %	70 à 74 %	65 - 70 %	-

Note (a) : classement "M 1" selon la norme AFNOR

TABLEAU XII

Atténuations acoustiques en fonction de la fréquence

fréquence	niveau sonore de départ (dB)	feuille B (dB)	feuille A (dB)	placo-plâtre	placo-plâtre + R (dB)	placo-plâtre + A (dB)	Fibro-ciment (dB)	Fibro-ciment + B (dB)	Fibro-ciment + A (dB)	Aggloméré (dB)	Aggloméré + B (dB)	Aggloméré + A (dB)
125 Hz	96,5	87	87	68	68	64	66	66	65	63	62	60
250 Hz	89	81	81	65	61	60	63	63	63	63	61	61
500 Hz	110	99	96	80	80	75	77	77	76	78	78	78
1000 Hz	95	95	95	65	65	65	67	67	66	65	63	59
2000 Hz	90	80	80	70	69	68	64	63,5	62	60	54	54
4000 Hz	76	63	60	38	38	38	48	48	39	50	49	48
8000 Hz	56	46	46	32	31	30	31	31	31	30	30	30

TABLEAU XIII

Composition des feuilles obtenues au stade 1.

Exemple	Feuilles minérales	Fibres	chargé minérale	Floculant avant liant	Liant	Floculant après liant	Hydrofugeant	Produit auxiliaire
27	Composants Quantités respectives	F 1 20	C 1 80	P 7 1,5%	L 1 5 %	P 1 + P 2 0,5% + 0,5%	H 4 3 %	Colorant de nuancage + azurant optique 0,005% + 0,2% + antimousse
28	Composants Quantités respectives	F 1 20	C 1 80	P 7 2%	L 2 5%	P 18 + P 1 + P 2 0,3% + 0,5% + 0,5%	H 1 1 %	antimousse
29	Composants Quantités respectives	F 1 20	C 14 80	P 8 1,5%	L 1 5%	P 1 + P 2 0,5% + 0,5%	H 1 1 %	Azurant optique 0,1%
30	Composants Quantités respectives	F 16 18	C 1 82	P 10 2%	L 1 6%	P 1 + P 2 + P 5 0,5% + 0,5% + 0,10%	H 1 0,5 %	azurant optique antimousse
31	Composants Quantités respectives	F 17 25	C 1 75	P 7 1,5%	L 1 5%	P 18 + P 1 + P 2 0,3% + 0,5% + 0,5%	H 1 0,5 %	antimousse azurant optique

TABLEAU XIII (suite)

Exemple	Feuilles minérales	Fibres	Charge minérale	Floculant avant liant	Liant	Floculant après liant	Hydrofugeant	Produit auxiliaire
32	Composants Quantités respectives	F 1 20	C 1 80	P 7 3%*	L 9 10%	P 1 + P 2 + P 4 0,1% + 0,5% + 0,1%*	H 4 0,2	Antimousse + lubrifiant 0,1% + 0,5%
33	Composants Quantités respectives	F 17 18	C 1 82	P 7 3%*	L 12 10%	P 1 + P 2 + P 4 0,1% + 0,5% + 0,1%*	H 4 2 %	Antimousse + azurant optique
34	Composants Quantités respectives	F 18 20	C 1 80	P 7 3%*	L 12 10%	P 18 + P 1 + P 2 0,3% + 0,5% + 1%	H 1 0,5%	Antimousse + azurant optique 0,1% + 0,1%
35	Composants Quantités respectives	F 1 30	C 12 70	P 7 1,5%	L 1 5%	P 1 + P 2 + P 4 2% + 0,5% + 0,15 %*	H 2 2 %	antimousse
36	Composants Quantités respectives	F 1 20	C 17 80	P 2 0,5%*	L 1 5%	P 18 + P 1 + P 2 0,3% + 0,5% + 0,5%	H 1 0,1%	antimousse + colorant de nuançage
37	Composant quantités respectives	F 27 27	C 1 73	P 2 0,5%	L 1 5%	P 18 + P 1 + P 2 0,3% + 0,5% + 0,5%	H 1 1 %	antimousse azurant optique

Note * quantité en l'état (produits techniques)

TABLEAU XIV
Traitement de surface du stade 2.

Traitement n°	Type de traitement	Formulation	Concentration g/l	Reprise en g/m ² (à sec)
T 1	Size-press	L 4 : 100 parties	100	2 - 5
T 2	Size-press	L 6 + H 5* 100 + 10 parties	100	2 - 5
T 3	Size-press	L 6 + L 14 100 + 10 parties	100	2 - 5
T 4	Size-press	L 10 + C 2 + H 1 + H 2 + A 10 + A 1 100 + 50 + 10 + 2 + 0,1 + 0,3 parties	100	2 - 5
T 5	Size-press	C 2 + A 2 + L 6 + A 7 100 + 0,3 + 40 + 0,2 parties	400	10 - 15
T 6	Size-press	C 2 + C 4 + A 2 + L 5 + L 14* + L 19* + A 7 70 + 30 + 0,3 + 15 + 2 + 10 + 0,2	400	10 - 18
T 7	Size-press	L 4 + L 8 + S 1* 100 + 10 + 10	100	2 - 5
T 8	Trailing blade	C 3 + A 2 + L 6 + A 4* + A 6 + A 7 + A 8* 100 + 0,3 + 30 + 2 + 0,03 + 0,3 + 0,5 parties	350	12 - 15
T 9	Racle Champion 1 face	C 2 + C 9 + A 2 + L 6 + L 19* + A 6 + A 7 + A 3* 80 + 20 + 0,5 + 30 + 10 + 0,03 + 0,3 + 2 parties	450	10 - 12
T 10	Trailing blade	C 2 + C 4 + A 1 + A 2 + L 6 + L 16 + L 19* + A 6 + A 7 + A 3* 80 + 20 + 0,2 + 0,3 + 20 + 0,2 + 8 + 0,03 + 0,3 + 2 parties	300	15 - 18

TABLEAU XIV (suite)

Traitement n°	Type de traitement	Formulation	Concentration g/l	Reprise en g/m ² (à sec)
T 11	Lame d'air	type T 10 - mais en lame d'air	300	15 - 18
T 12	Size-press	C 2 + L 6 + L 10* + A 4* 100 + 30 + 10 + 5 parties	300	8 - 12
T 13	Size-press	L 5 + H 1* + A 10* 100 + 10 + 0,1 parties	100	2 - 3
T 14	Lame d'air	S 2* 100 parties	150	2 - 3
T 15	Imprégnation	A 3* + S 6 100 + 5 parties	150	60
T 16	Size-press	S 4 + H 6* 100 + 10	300	10 - 15
T 17	Lame d'air	L 22* 100 parties	500	10 - 12
T 18	Lame d'air	L 23* 100 parties	300	10 - 12
T 19	Champion 1 face	C 2 + C 4 + A 1 + L 6 + L 19* + A 6 + A 7 + S 1* 100 + 20 + 0,3 + 20 + 10 + 0,03 + 0,3 + 5 parties	450	10 - 12
T 20	Size-press	type T 8 - mais en size-press	400	10 - 15
T 21	Champion	L 12* + C 2* 100 + 20 parties	350	3 - 6
T 22	Size-press	L 5 + L 19* 80 + 40 parties	100	3 - 6

note : * = quantités en l'état (produits techniques).

TABLEAU XV

Feuilles minérales obtenues après les stades 1 et 2.

Feuilles minérales	Support de base stade 1	Grammage stade 1 g/m ² (a)	Traitements du stade 2				Grammage final g/m ² (a)
			Traitement n°	Face traitée	Nombre de traitements	Traitements auxiliaires	
Exemple 38	Exemple 27	60	T 1	recto/verso	1	lissage bout machine	65
Exemple 39	Exemple 28	60	T 2	recto/verso	1	lissage bout machine	65
Exemple 40	Exemple 35	75	T 1	recto/verso	1	lissage bout machine	80
Exemple 41	Exemple 36	70	T 3	recto/verso	1	lissage bout machine	75
Exemple 42	Exemple 27	90	T 20	recto/verso	1	lissage bout machine	95
Exemple 43	Exemple 29	85	T 13	recto/verso	1	lissage bout machine	90
Exemple 44	Exemple 31	130	T 13	recto/verso	1	lissage bout machine + calandrage hors machine	140
Exemple 45	Exemple 32	80	T 2	recto/verso	1	-	85
Exemple 46	Exemple 30	125	T 16+T 9	recto/verso + recto	2	lissage bout machine + calandrage hors machine	140
Exemple 47	Exemple 27	100	T 7 + T 19	recto/verso + recto	2	lissage bout machine + calandrage hors machine	115-120
Exemple 48	Exemple 27	70	T 8 + T 10	recto/verso + recto	3	calandrage hors machine	95-100
Exemple 49	Exemple 27	70	T 8 + T 8 + T 10 + T 10	recto/verso + recto/verso	4	calandrage hors machine	95-100

Feuilles minérales	Support de base stade 1	Grammage stade 1 g/m ² (a)	Traitements du stade 2				Grammage final g/m ² (a)
			Traitement n°	Face traitée	Nombre de traitements	Traitements auxiliaires	
Exemple 50	Exemple 27	80	T 15	recto/verso	1	-	140
Exemple 51	Exemple 37	100	T 2 + T 18	recto/verso + recto	2	-	115
Exemple 52	Exemple 27	90	T 3 + T 14	recto/verso + recto	2	-	95-100
Exemple 53	Exemple 27	90	T 4 + T 17	recto/verso + recto/recto	3	calandrage hors machine	115-120
Exemple 54	Exemple 33	120	T 4	recto/verso	1	calandrage hors machine	130
Exemple 55	Exemple 27	70	T 4 + T 21	recto/verso + recto	1	lissage hors machine	75
Exemple 56	Exemple 27	70	T 22	recto/verso	1	-	75
Exemple 57	Exemple 34	80	T 2	recto/verso	1	-	85

note (a) grammage approximatif

note (a) grammage approximatif

TABLEAU XVI

	Exemple 27	Exemple 28	Exemple 32
Poids (g/m^2)	66	65	70
Epaisseur (μ)	72	78	75
Main g/m^2	1,13	1,20	1,07
Porosité Afnor $\text{cm}^3/\text{m}^2 \times \text{secondes}$	4,2	3,8	1,8
Longueur de rupture SM^* (en mètre) ST^{**}	2100 1200	2000 1100	2400 1000
Allongement en % SM^* ST^{**}	1,4 2,2	1,3 2	2,5 3,1
Lissé Bekk (en secondes)	17/12	20/15	30/20
Blancheur	84	85	83
Opacité	85,5	85	84,5
Mullen *** sec	15,8	14,9	16,2
Mullen *** humide	-	10,5	-
Cobb **** (eau, 1 min)	41	30	23
Cendres	65%	64,8%	64
Stabilité dimensionnelle			
SM/ST 23%	-	0,07/0,16	
52%	-	0,15/0,28	
66%	-	0,17/0,39	
86,5%	-	0,23/0,94	
98%	-	0,27/1,20	
Notes :			
* SM = Sens Marche			
** ST = Sens Travers			
*** indice Mullen = rapport $\frac{\text{force d'éclatement en g/cm}^2}{\text{grammage en g/m}^2}$			
**** exprimé en g/m^2			

TABLEAU XVII

	CP 5	CP 6	Exemple 38	Exemple 39	Exemple 46	Exemple 48	CP 7
Poids (g/m^2)	65	79	65	65	142	100	65
Epaisseur (μ)	82	105	85	70	156	118	70
Main	1,26	1,35	1,30	1,08	1,09	1,18	1,08
Porosité AFNOR	1,65	2,75	5,1	2,2	0,40	0,15	0,08
Longueur de rupture SM	3800	4500	2900	2300	2200	2000	3600
ST	1600	1750	1300	1450	1200	1050	1800
Allongement en %	1,6	2,1	1,9	1,9	1,4	1,6	1,6
SM							
ST							
Lissé Bekk	2,6	3,4	4,4	4,5	3,5	2,8	2,3
Blancheur	30/20	10/15	29/20	33/30	200/150	390/210	550/300
Opacité	85	83	83	78	86	88	76
Mullen sec	83,5	83,5	85	86,5	92	87	85
Mullen humide	23,8	24,7	18,2	16,1	17	16,1	21
Cobb (eau, 1 min)	11,9	10,1	10,4	-	-	-	-
Cendres o/o	31	30	39	25	58	27	55
Stabilité dimensionnelle	8,6	7,2	65	64,9			24,7
SN/ST 23%	0,15/0,36	-	0,08/0,11	-	-	-	0,16/0,42
52%	0,25/0,55	-	0,11/0,22	-	-	-	0,22/0,57
66%	0,30/0,75	-	0,16/0,35	-	-	-	0,36/0,73
86,5%	0,41/1,55	-	0,22/0,65	-	-	-	0,45/1,61
98%	0,42/2	-	0,29/1,10	-	-	-	0,46/1,97
Absorption d'encres porométriques	-	-	0,57	-	-	0,38	0,36
densités optiques 0 s	-	-	0,60	-	-	0,40	0,38
120 s	-	-	0,67	-	-	0,47	0,39

TABLEAU XVIII

		Témoins CP 8 CP 9	Ex. 59	Ex. 60	Ex. 61	Ex. 62
Stade 1						
1/ Fibres	F1...	45	45	45	45	45
	F6...	55	55	55	55	55
	F4...	0	0	0	0	0
	Raffinage ° SR.....	35	35	35	35	35
2/ Charge	C1...	0	0	0	0	25
	C2...	30	30	45	45	30
	C3...	0	0	0	0	0
3/ Flocculant * (Quantités commerciales)	P2...	0	0	0,2	0,2	0,2
	P7...	0	0	0	0	0
4/ Liant	L1...	0	0	2	2	2
5/ Hydrofugeant	H1...	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
6/ Auxiliaires (Quantités commerciales)	A7...	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
	A10...	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
7/ Flocculant ** (Quantités commerciales)	P1...	0	0	0	0	0
	P2...	0	0	0,5	0,5	0,5
	P4...	0	0	0	0	0
	P5...	0,05	0,05	0	0	0,05
Stade 2						
1/ Charges	C3...	0	100	0	100	0
	C2...	0	0	0	0	0
2/ Auxiliaires (Quantités commerciales)	A1...	0	0,4	0	0,4	0
	A10...	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
3/ Liant	L6...	10	40	10	40	10
	L4	0	0	0	0	0
Concentration du bain en % en poids		10%	30%	10%	30%	10%
Type de traitement au stade 2		Size- press	size- press	size- press	size- press	size- press
Notes		* introduit avant le liant				
		** introduit après le liant.				

TABLEAU XVIII
(suite)

		Ex. 63	Ex. 64	Ex. 65	Ex. 66	Ex. 67	Témoin CP 10
<u>Stade 1</u>							
1/ Fibres	F1...	45	45	45	25	50	50
	F6...	55	55	55	45	50	50
	F4...	0	0	0	30	0	0
	Raffinage ° SR.....	35	35	35	45	55	55
2/ Charges	C1...	0	0	0	50	35	30
	C2...	45	30	0	0	0	0
	C3...	0	25	30	0	35	0
3/ Flocculant * (Quantités commerciales)	P2...	0	0,2	0,2	0	0,2	0
	P7...	1,5	0	0	1,5	0	0
4/ Liant	L1...	2	2	3	2	2	0
5/ Hydrofugeant	H1...	0,1	0	0,1	0	0	0
	H4...	0	0,5	0	0,5	0,5	0,5
6/ Auxiliaires (Quantités commerciales)	A7...	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
	A10...	0,05	0,05	0,05	0	0	0
7/ Flocculant ** (Quantités commerciales)	P1...	0	0,5	0	0,5	0,5	0,5
	P2...	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0
	P4...	0,1	0	0	0,1	0,1	0,1
	P5...	0	0	0,05	0	0	0
<u>Stade 2</u>							
1/ Charges	C3...	0	0	0	0	0	0
	C2...	0	0	100	0	0	0
2/ Auxiliaires (Quantités commerciales)	A1...	0	0	0,3	0,1	0,1	0,1
	A10...	0,1	0,1	0,1	0	0	0
3/ Liant	L6...	10	10	40	0	4	4
	L4...	0	0	0	4	0	0
Concentration du bain en % en poids		10%	10%	30%	4%	4%	4%
Type de traitement au stade 2		size- press	size- press	size- press	size- press	size- press	size- press
Notes		* introduit avant le liant					
		* * introduit après le liant					

TABLEAU XIX

	CP 8	CP 9	Ex. 59	Ex. 60	Ex. 61	Ex. 62
Grammage (g/m ²)	83	85	85	84,5	83	86
Epaisseur (μ)	120	115	119	113	117	113
Main (g/cm ²)	1,44	1,35	1,40	1,34	1,40	1,31
Porosité AFNOR (cm ³ / .m ² x s)	8,1	2,5	8,4	3,2	8,3	2,9
Longueur de rupture (m) S.M.	4600	5200	4900	5300	5200	5600
S.T.	2100	2200	2100	2300	2200	2100
All. à la rupture (%) S.M.	2	2	1,8	1,8	1,5	1,8
S.T.	4,9	5,5	5,1	3,9	4,5	5,3
Indice d'éclatement moyen	22,5	23	23	22,9	22,7	23,2
Cohésion interne (Moyenne SM/ST)	120	150	180	200	170	185
Rigidité Taber S.T.	1,76	1,80	2,2	1,9	2,20	2
S.M.	0,95	0,90	1	1	1	1
Opacité (Photovolt)	85,5	87	88	89,5	87,5	88
Blancheur (Photovolt)	82	81,5	82	81,5	82,5	81
Cobb (eau, 1 minute) { Recto..	27	42	26	39,5	34	38,5
(en g/m ²) { Verso..	26	39	27,5	38	32	41
Cendres en o/o	12	15	17,5	19,5	23	24,5
Estimation charges restantes	17,2	21,4	25,1	27,9	29,4	30,9
Collage AFNOR aux encres....	5	5	5	5	5	5
Gires Dennisson	>12	>12	>12	>12	>12	>12

Notes :

- S.M. = sens marche
- S.T. = sens travers
- L'indice d'éclatement (également appelé indice Mullen) est le rapport

$$\frac{\text{force d'éclatement en g/cm}^2}{\text{grammage en g/m}^2}$$
- L'estimation des charges restantes est exprimée en % en poids par rapport au poids du papier.

TABLEAU XX

	Exemple 69	Exemple 70	CP 12
<u>Stade 1</u>			
Fibres	F 1 = 25 F 6 = 25	F 1 = 25 F 6 = 25	F 1 = 35 F 6 = 35
(* S.R.)	(35)	(35)	(35)
Charge	C 3 = 50	C 3 = 50	C 3 = 30
Floculant avant liant	P 2 = 0,15	P 2 = 0,15	0
Liant	L 1 = 1,6	L 1 = 1,6	0
Hydrofugeant	H 1 = 1,5	H 1 = 1,5	H 1 = 1,5
Auxiliaire	A 7 = 0,3 A 10 = 0,05	A 7 = 0,3 A 10 = 0,05	A 7 = 0,3 A 10 = 0,05
Floculant après liant	P 18 = 0,45 P 2 = 0,30 P 5 = 0,15	P 18 = 0,45 P 2 = 0,30 P 5 = 0,15	P 18 = 0,45
Grammage approximatif	100 g/m ²	100 g/m ²	100 g/m ²
<u>Stade 2</u>	néant	comme exemple 60	comme exemple 60

TABLEAU XXI

	Exemple 69	Exemple 70	CP 12
poids (g/m ²)	102	122	118,5
épaisseur (μ)	150	143	140
main (g/cm ²)	1,47	1,19	1,18
porosité AFNOR	6,4	1,6	2,5
longueur de rupture			
SM	3700	5300	5500
ST	1800	2600	2500
allongement à la rupture			
SM	1,5	2,4	2,6
ST	2,7	4,3	3,7
indice d'éclatement (Mullen)	19	25	25,8
indice 100 de déchirure	96	92	80
Cobb (eau, 1 mn, 23°C)	49	60	58
opacité (photovolt)	93	94	90
blancheur (photovolt)	89	88	88,5
charges restantes dans le papier (après rectification perte au feu)	32	38	21,5

TABLEAU XXIII

Feuille (80 g/m ²)	Pourcentage de perte sous toile par rapport au poids de la feuille	Perte sous toile
Exemple 71	13 %	10,4 g
CP 13	20 % (a)	16 g
CP 14	33 % (a)	26,4 g
Exemple 72	8 %	6,4 g
CP 15	13 %	- 10,4 g
CP 16	13 %	10,4 g
Note : (a) avec diminution des propriétés mécaniques		

REVENDECATIONS

1. Procédé de préparation d'une feuille fibreuse par voie papetière en vue d'améliorer les liaisons et/ou la rétention, dans lequel on forme une feuille par voie humide à
5 partir d'une suspension aqueuse renfermant des fibres (les fibres d'amiante étant exclues), un liant organique, un flocculant et, le cas échéant, une charge minérale non liante, ledit procédé étant caractérisé en ce que le flocculant est introduit dans la suspension aqueuse renfermant le mélange de base choisi parmi
10 l'ensemble constitué par (i) les fibres seules quand il n'y a pas de charge minérale non liante, et (ii) les fibres et la charge minérale non liante quand celle-ci est présente, avant et après l'introduction du liant organique.
2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé
15 en ce que l'on utilise 0,02 à 10 parties en poids de flocculant pour 100 parties en poids du mélange de base, en ce que l'on introduit successivement dans la suspension aqueuse dudit mélange de base 0,01 à 4 parties en poids de flocculant, puis le liant organique, et enfin 0,01 à 6 parties en poids de flocculant, et en
20 ce que l'on forme à partir de la suspension aqueuse résultante une feuille que l'on essore et sèche, puis, si nécessaire, soumet à au moins un traitement complémentaire.
3. Procédé selon la revendication 2 caractérisé en ce que le mélange de base renferme une charge minérale non
25 liante, le rapport pondéral (R) charge minérale non liante - fibres étant inférieur ou égal à 9.
4. Procédé selon la revendication 2 caractérisé en ce que
1°) on prépare une suspension aqueuse à partir successivement
30 de
(i) 100 parties en poids sec d'un mélange de base ayant un rapport pondéral (R) charge minérale non liante - fibres inférieur ou égal à 9,
(ii) 0,01 à 4 parties en poids sec de flocculant,
35 (iii) 0,2 à 30 parties en poids sec de liant organique, et
(iv) 0,01 à 6 parties en poids sec de flocculant,
puis forme au moyen de la suspension ainsi obtenue, une

feuille par voie humide que l'on essore et sèche ; et,
2°) si nécessaire, on soumet la feuille ainsi obtenue à au moins un traitement complémentaire.

5. Procédé selon la revendication 4 caractérisé en
5 ce que après le liant (iii) et avant le floculant (iv) on introduit dans la suspension aqueuse un agent hydrofugeant.
6. Procédé selon la revendication 5 caractérisé en ce que l'on utilise 0,05 à 10 parties en poids sec d'agent hydrofugeant pour 100 parties en poids de mélange de base.
- 10 7. Procédé selon la revendication 5 caractérisé en ce que l'on introduit l'agent hydrofugeant et au moins un agent auxiliaire en papeterie, choisi notamment parmi les agents de résistance à l'état humide, les agents antimousse et brise-mousse, les azurants optiques, les colorants de nuance, les
15 antibiotiques et les agents lubrifiants.
8. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le liant organique est choisi parmi l'amidon, les latex et leurs mélanges.
9. Procédé selon la revendication 8 caractérisé
20 en ce que le liant organique est l'amidon.
10. Procédé selon la revendication 8 caractérisé en ce que le liant organique est choisi parmi les latex acryliques, les latex styrène-butadiène et leurs mélanges avec l'amidon.
11. Procédé selon la revendication 9 caractérisé
25 en ce que le liant organique est un amidon renfermant dans sa partie polymère linéaire amylose 50 à 6000 motifs anhydroglucose par molécule.
12. Procédé selon la revendication 11 caractérisé en ce que l'amidon est la fécule native de pomme de terre,
30 ou l'amidon de maïs natif.
13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 9, 11 et 12 caractérisé en ce que l'amidon est introduit dans la suspension aqueuse contenant le mélange de base et la première fraction du floculant, après avoir été cuit à 80 - 90°C.

14. Procédé selon la revendication 4 pour la préparation d'un support d'impression-écriture ou d'un papier spécial, caractérisé en ce que au stade 1 on prépare à partir successivement de

- 5 (i) 100 parties en poids sec d'un mélange de base ayant un rapport R inférieur ou égal à 9 et de préférence compris entre 0,2 et 9 ;
(ii) 0,01 à 4 parties en poids sec de flocculant ;
(iii) 0,2 à 30 parties en poids sec de liant organique,
10 de préférence un amidon renfermant dans sa partie polymère linéaire amylose 50 à 6000 motifs anhydroglucose par molécule ;
(iv) 0,05 à 10 parties en poids sec d'agent hydrofugeant ;
15 (v) 0,01 à 6 parties en poids sec de flocculant ;
une feuille que l'on essore et sèche, le cas échéant au moins une substance choisie parmi l'ensemble constitué par les agents de résistance à l'état humide, les agents antimousse et brise mousse, les azurants optiques, les colorants de nuance, les
20 antibiotiques et les agents lubrifiants, étant ajoutée dans la suspension aqueuse avant la deuxième fraction du flocculant.

15. Procédé selon la revendication 14 caractérisé en ce que le rapport R est compris entre 2 et 9 et de préférence 3 et 9 ; en ce que le liant est utilisé à raison de 2 à 30 parties en poids sec pour 100 parties en poids du mélange de base ;
25 et en ce que l'agent hydrofugeant est utilisé à raison notamment de 0,05 à 5 parties en poids sec pour 100 parties en poids du mélange de base.

16. Procédé selon la revendication 14 caractérisé
30 en ce que le rapport R est inférieur à 2 et notamment compris entre 0,2 et 0,7 ; en ce que le liant est utilisé à raison de 0,2 à 15 parties en poids sec pour 100 parties en poids du mélange de base ; et en ce que l'agent hydrofugeant est notamment

utilisé à raison de 0,05 à 5 parties en poids sec et de préférence 0,1 à 3 parties en poids sec pour 100 parties en poids du mélange de base.

17. Procédé selon la revendication 4 pour la
- 5 préparation d'un support de revêtement utile notamment dans le remplacement de l'amiante, caractérisé en ce que au stade 1 on prépare à partir successivement de
- (i) 100 parties en poids sec d'un mélange de base ayant un rapport R inférieur ou égal à 9, de préférence
 - 10 compris entre 2 et 9 et plus avantageusement 3 et 9;
 - (ii) 0,01 à 4 parties en poids sec de flocculant ;
 - (iii) 2 à 30 parties en poids sec de liant organique ;
 - (iv) 0,05 à 10 parties en poids sec d'agent hydrofugeant ;
 - (v) 0,01 à 6 parties en poids sec d'agent flocculant,
- 15 une feuille que l'on essore sous une faible charge linéaire de 0,5 à 35 kg/cm et sèche, le cas échéant, au moins une substance (choisie parmi l'ensemble constitué par les agents de résistance à l'état humide, les agents antimousse et brise-mousse, les
- 20 azurants optiques, les colorants de nuance, les antibiotiques et les agents lubrifiants) étant ajoutée avant la deuxième fraction du flocculant.
18. Procédé selon la revendication 17 caractérisé en ce que le liant organique est l'amidon.
19. Procédé selon la revendication 17 caractérisé
- 25 en ce que le liant organique est choisi parmi les latex et les mélanges latex-amidon.
20. Procédé selon la revendication 2 caractérisé en ce que le stade 2 comprend au moins un traitement complémentaire choisi parmi l'ensemble constitué par les traitements de
- 30 surface mécaniques (tels que lissages, calandrage et grainage) et les traitements chimiques (tels que surfacage et couchage, notamment par enduction ou imprégnation).

21. Procédé selon la revendication 20 caractérisé en ce que le traitement du stade 2 comporte l'apport d'un liant au moyen d'un bain aqueux de 10 à 600 g/l renfermant le cas échéant, au moins une substance choisie parmi l'ensemble constitué
5 par les charges minérales non liantes, les agents auxiliaires et les adjuvants spéciaux (tels que notamment les agents d'ignifugations, les antibiotiques, les agents anti-adhérents).
22. Feuille fibreuse utile notamment dans le domaine des revêtements en remplacement de l'amiante, des supports
10 d'impression-écriture, et des papiers spéciaux, caractérisée en ce qu'elle est préparée selon le procédé de l'une quelconque des revendications 1 à 3.
23. Feuille fibreuse utile notamment dans le domaine des revêtements en remplacement de l'amiante, des supports
15 d'impression-écriture, et des papiers spéciaux, caractérisée en ce qu'elle est préparée selon le procédé de l'une quelconque des revendications 4, 5 et 6.
24. Feuille fibreuse utile notamment dans le domaine des supports d'impression-écriture et des papiers spéciaux caractérisée en ce qu'elle est préparée selon le procédé de l'une quelconque des revendications 14, 15 et 16.
- 20 25. Feuille fibreuse utile notamment dans le domaine des revêtements en remplacement de l'amiante caractérisée en ce qu'elle est préparée selon le procédé de la revendication 17.
26. Feuille fibreuse utile notamment dans le
25 domaine des supports d'impression-écriture et des papiers spéciaux, caractérisée en ce qu'elle renferme des fibres (les fibres d'amiante étant exclues), une charge minérale non liante, un flocculant et un liant, le rapport pondéral R étant compris entre 0,2 et 9, et en ce qu'elle a un grammage de 40 à 400 g/m²
30 et notamment de 40 à 200 g/m².

27. Feuille fibreuse selon la revendication 26 caractérisée en ce qu'elle a été soumise à au moins un traitement complémentaire, notamment un traitement chimique de surfaçage ou couchage de façon à avoir une reprise en matière sèche de 5 1 à 150 g/m².
28. Feuille fibreuse utile notamment dans le domaine des revêtements en remplacement de l'amiante, caractérisée en ce qu'elle renferme des fibres (les fibres d'amiante étant exclues), une charge minérale non liante, un flocculant et un 10 liant, le rapport R étant compris entre 2 et 9, et en ce qu'elle a un grammage de 350 à 800 g/m².
29. Feuille fibreuse selon la revendication 24 caractérisée en ce qu'elle a été soumise à au moins un traitement complémentaire, notamment un traitement chimique de surfaçage 15 ou couchage de façon à avoir une reprise en matière sèche de 1 à 150 g/m².
30. Application du procédé de la revendication 1 pour la préparation d'un support de revêtement, d'un support d'impression-écriture et d'un papier spécial.

0006390



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 79 40 0405

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.')
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
X	US - A - 2 843 479 (J.L. PERSOL) * Document en entier *	1-4, 8, 10, 20, 22, 23 30	D 21 D 3/00 D 21 H 5/00 B 41 M 5/00 C 04 B 43/00
	--		
X	US - A - 2 601 597 (J.H. DANIEL Jr.) * Colonne 1, ligne 1 - colonne 8, ligne 22; colonne 9, ligne 13 - colonne 14, ligne 43 *	1-3, 5, 8, 10, 20, 22, 30	
	--		
X	DE - B - 1 239 932 (GEBRUDER GIULINI) * Revendication; colonne 1, ligne 35 - colonne 3, ligne 29; exemples 1-5 *	1, 8, 10, 20, 22, 30	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.')
	----		D 21 D 3/00
			CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES
			X: particulièrement pertinent A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: demande faisant interférence D: document cité dans la demande L: document cité pour d'autres raisons
			&: membre de la même famille. document correspondant
☒ Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche La Haye		Date d'achèvement de la recherche 18-09-1979	Examineur NESTBY