

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt: **86400072.4**

(51) Int. Cl.⁴: **D 21 H 3/02**

(22) Date de dépôt: **15.01.86**

(30) Priorité: **18.01.85 FR 8500745**

(43) Date de publication de la demande:
06.08.86 Bulletin 86/32

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

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

(72) Inventeur: **Fredenucci, Pierre**
Villa des Vames
F-38850 Charavines(FR)

(74) Mandataire: **Hasenrader, Hubert et al,**
Cabinet BEAU DE LOMENIE 55, rue d'Amsterdam
F-75008 Paris(FR)

(54) **Traitement d'une feuille fibreuse obtenue par voie papetière en vue d'améliorer sa stabilité dimensionnelle et application notamment dans le domaine des revêtements de sol ou muraux.**

(57) Selon ce procédé de traitement destiné à améliorer la stabilité dimensionnelle d'une feuille fibreuse obtenue par voie papetière et dont au moins une partie des fibres sont des fibres cellulosiques, on imprègne la feuille avec une composition chimique comprenant au moins un mouillant et au moins un liant.

Traitement d'une feuille fibreuse obtenue par voie papetière en vue d'améliorer sa stabilité dimensionnelle et application notamment dans le domaine des revêtements de sol ou muraux.

L'invention concerne l'amélioration de la stabilité dimensionnelle d'une feuille fibreuse par apport à ladite feuille de produits chimiques en solution suivi d'une phase de séchage.

Par "feuille fibreuse" on entend ici un matériau préparé par voie papetière et comprenant des fibres dont au moins une partie est constituée de fibres hydrophiles, notamment cellulosiques ; ce matériau peut, le cas échéant, comprendre une charge minérale et/ou organique non liante, un liant organique et un ou plusieurs adjuvants classiques en papeterie.

On sait que pour certaines applications, en particulier les supports de revêtements de sol ou de revêtement muraux, les affiches, les papiers d'impression offset, les papetiers et les transformateurs recherchent une stabilité dimensionnelle élevée vis-à-vis de l'eau ou de l'humidité ambiante.

Dans le domaine des revêtements de sol, de nouveaux supports sont utilisés depuis quelques années en remplacement des cartons d'amiante qui étaient stables vis-à-vis de l'eau et de l'humidité mais présentaient un danger pour la santé des utilisateurs. Les produits de substitution sont le voile de verre et les feutres minéraux sans amiante.

Les feutres minéraux bien que plus économiques pour le transformateur sont moins intéressants quant à leur stabilité dimensionnelle, comparés aux voiles de verre qui sont au moins aussi stables que les feutres d'amiante vis-à-vis de l'humidité et de l'eau.

La mauvaise stabilité dimensionnelle des feutres minéraux est essentiellement due aux fibres cellulosiques qu'ils contiennent. Les fibres étant très hydrophiles, leurs dimensions varient fortement en fonction de l'humidité ambiante.

Les papetiers ont mené de nombreuses recherches afin d'améliorer la stabilité dimensionnelle de telles feuilles fibreuses.

On connaît le traitement des supports cellulosiques par imprégnation avec des résines du type mélamine-formol qui peuvent quelque peu limiter la reprise en eau des fibres cellulosiques et améliorer ainsi la stabilité dimensionnelle. Cependant
5 l'amélioration ainsi obtenue est peu sensible. (Cf. "Papiers-cartons-films-complexes", Juin 1979 p.14-16).

On sait aussi que cette amélioration peut être obtenue par le remplacement de la cellulose par des quantités croissantes de fibres hydrophobes telles que, notamment, les fibres minérales
10 et en particulier les fibres de verre ou les laines de roche, ainsi que dans une certaine mesure les fibres synthétiques.

Mais l'Homme de métier sait que des quantités importantes de fibres de verre sont nuisibles :

- à l'épairage de la feuille lors de sa formation sur
15 machine à papier,

- à l'aspect de surface de support qui est à l'origine de défauts lors de la transformation ultérieure de ce support, tels que le peluchage et le relargage de ces fibres lors de l'enduction avec une matière synthétique.

On sait par ailleurs que l'amélioration de la stabilité dimensionnelle peut être obtenue indépendamment du taux de fibres hydrophobes par un traitement chimique de la feuille fibreuse à l'aide d'agents mouillants destinés à rendre les fibres cellulosiques inertes vis-à-vis de l'eau et de l'humidité ambiante.
20 Un produit connu pour cet usage en papeterie est le polyéthylèneglycol (ci-après abrégé en PEG) qui est notamment cité dans "Papiers-Cartons-Films, Complexes", Juin 1979, p.14-16. Des produits de la même famille des polyglycols et dérivés sont décrits pour le même usage dans les documents US-A-4291101 de Nippon Oil and Fats Co.
25 (polyoxyalkylène glycol monoacrylates et polyoxyalkylène glycol monométhacrylates) et EP-A-18961 de Rockwool AB (polyoxyalkylènes).
30

Cependant l'Homme de métier sait, dans le domaine des supports pour revêtements de sol ou muraux, que l'apport en mouillants chimiques, notamment en PEG, doit être limité en raison
35 de la perte en caractéristiques mécaniques du papier imprégné de

tels produits et des difficultés rencontrées lors de la transformation ultérieure du support à l'aide d'une matière synthétique telle que le plastisol (mélange de PVC et de plastifiants, cf. EP-A-18961) :

5 - cloquage du matériau synthétique couché sur le support lors du traitement thermique devant provoquer l'expansion (160-200°C) du fait de la dégradation à la chaleur de certains mouillants tels que le PEG.

 - inhibition de l'expansion du matériau synthétique, d'où
10 une épaisseur irrégulière de la couche synthétique après expansion,
 - mauvais accrochage du matériau synthétique sur le support.

 Les quantités d'agents mouillants utilisables pour l'imprégnation de la feuille fibreuse étant limitées, les
15 possibilités d'améliorer la stabilité dimensionnelle avec ces produits chimiques sont également limitées.

 Toutes ces techniques n'ont donc pas permis jusqu'à présent d'obtenir sans inconvénients majeurs une amélioration
suffisante de la stabilité dimensionnelle des feutres minéraux,
20 comparée à celle des voiles de verre.

 On connaît par ailleurs le traitement des supports cellulosiques par imprégnation avec des liants et des mouillants à d'autres fins que l'amélioration de la stabilité dimensionnelle.

 Le mouillant peut en effet en tant que produit tensio-
25 actif être utilisé pour modifier les caractéristiques du liant.

 Le mouillant peut être notamment employé pour :

 - améliorer la dépose des liants sur les fibres papetières (cf. FR 1 250 132)

 - assouplir le papier imprégné de latex ou de bitume (cf.
30 FR 2 481 333 et US 2 801 937)

 - ou tout simplement abaisser la tension superficielle des matériaux hydrophobes contenus dans les papiers ou les non-tissés imprégnés de latex ou de bitume pour en accroître le pouvoir absorbant vis-à-vis des liquides (cf. EP 42 259, US 1 995 623 et GB
35 770 730).

Toutefois aucun de ces documents ne vise à obtenir une amélioration sensible de la stabilité dimensionnelle par rapport aux connaissances du papetier concernant les effets des mouillants. D'ailleurs, dans l'art antérieur, les doses de mouillants utilisées
5 restent faibles par rapport au poids de liant.

Un but de l'invention est d'obtenir une amélioration de la stabilité dimensionnelle des supports d'enduction pour revêtements de sol ou muraux à l'aide d'un nouveau traitement chimique.

10 Un autre but du traitement de l'invention est, à stabilité dimensionnelle égale, de pouvoir diminuer le taux de fibres minérales dans les supports pour revêtements de sol ou muraux.

Un autre but du traitement de l'invention est
15 l'amélioration de la stabilité dimensionnelle d'autres supports papetiers contenant des fibres cellulosiques.

Selon l'invention on a trouvé que la stabilité dimensionnelle de la feuille fibreuse vis-à-vis de l'humidité et de l'eau est remarquablement améliorée lorsque la feuille fibreuse
20 contenant des fibres cellulosiques est imprégnée par un mélange chimique comprenant au moins un mouillant et au moins un liant, la feuille imprégnée étant ensuite séchée.

On a en effet observé avec surprise que le mélange de mouillant et de liant permet d'obtenir une stabilité dimensionnelle
25 nettement supérieure à celle qui aurait pu être obtenue par l'imprégnation de la feuille fibreuse avec le mouillant seul ou le liant seul, et que la stabilité qui en résulte est supérieure au résultat qu'on aurait pu espérer par addition des deux effets.

Le résultat est d'autant plus étonnant, qu'en fait les
30 liants seuls n'apportent que peu ou pas d'amélioration de la stabilité dimensionnelle de la feuille fibreuse.

Sans avoir pu identifier les mécanismes exacts de l'action synergétique du mouillant et du liant, il semble que les quantités de mouillant utilisées sont suffisantes pour, outre la
35 fixation éventuelle d'une certaine quantité de mouillant sur le

liant, permettre un mouillage satisfaisant de la cellulose.

Le liant à utiliser 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 trop longue.

5 Le liant organique assure la liaison des constituants de la feuille fibreuse entre eux et peut renforcer les propriétés physiques de la feuille papetière.

Le liant selon l'invention est un latex synthétique, tel que, notamment :

- 10
- les polymères styrène-butadiène,
 - les polymères acryliques,
 - les polychlorures de vinyle
 - les copolymères acétate de vinyle-chlorure de vinyle-éthylène,

15 et/ou un liant hydrosoluble tel que, notamment :

- l'amidon,
 - les alcools polyvinyliques,
 - les copolymères polyamide/polyamine-épichlorhydrine qui sont en outre utilisés comme agents de
- 20 résistance humide en papeterie.

Les latex synthétiques préférés présentent une tension superficielle inférieure à 40mN/m.

On entend par mouillant tout produit chimique hygroscopique ayant une faible tension superficielle et permettant

25 à la feuille de reprendre rapidement de fortes quantités d'eau même à faible hygrométrie ambiante. Ce faisant la feuille reste dimensionnellement stable lors de l'évolution vers une hygrométrie plus forte.

Le mouillant selon l'invention est un produit chimique appartenant de préférence à la famille des polyglycols et de ses

30 dérivés. On utilisera notamment des produits tels que :

- les polyéthylène glycols,
- les polyoxydes d'alkylène.

Selon l'invention le traitement de la feuille fibreuse

35 peut être mis en oeuvre directement sur machine à papier ou sur une

installation autonome d'imprégnation ou de couchage. Le traitement peut donc être réalisé par le papetier ou par un transformateur.

La feuille fibreuse est traitée par un procédé d'imprégnation quelconque connu par l'Homme du métier. Les
5 dispositifs possibles sont notamment les dispositifs de pulvérisation, les imprégnatrices, mais on préférera la presse encolleuse qui est le dispositif couramment utilisé sur machine à papier.

L'imprégnation de la feuille fibreuse pourra n'être
10 réalisée que sur une face seulement mais on préférera utiliser des dispositifs permettant l'imprégnation sur les deux faces.

Sur le plan technique, la mise en oeuvre de l'invention par imprégnation ou par couchage des feuilles fibreuses ne pose aucun problème particulier à l'Homme du métier.

15 Les caractéristiques de l'invention seront mieux comprises grâce aux exemples non limitatifs qui vont suivre.

Dans le cadre de la mise au point de l'invention, des études ont été réalisées sur des feuilles fibreuses de compositions différentes.

20 Pour chaque étude on a considéré l'effet des mouillants seuls et des liants seuls avant de comparer à l'effet des mélanges de mouillants et de liants.

Dans ce qui suit, les proportions entre mouillants et liants sont données à titre indicatif et correspondent pour les
25 supports étudiés aux meilleurs compromis de résistances mécaniques et de stabilité dimensionnelle obtenus.

Le mélange contiendra généralement au moins 15 parts en poids sec de mouillant pour 85 parts en poids sec de liant. Cependant la sélection de liants particuliers permet d'introduire
30 moins de 15 parts de mouillant dans la composition d'imprégnation.

Il va de soi que l'Homme de métier pourra faire évoluer ces proportions en fonction du support utilisé et du but recherché, et remplacer tout ou partie des fibres cellulosiques par d'autres fibres hydrophiles.

35 De plus, il est possible en fonction des applications:

- de combiner plusieurs latex, notamment pour limiter les problèmes de pelage du plastisol rencontrés avec les latex styrène-butadiène,

5 - d'introduire dans le mélange d'imprégnation des additifs secondaires connus en papeterie tels que : des pigments, des colorants, des dispersants, des antimousses, des fongicides, des bactéricides, des agents de collage.

10 Le meilleur mode opératoire pour obtenir les bains de presse encolleuse est, pour les bains ne contenant pas de liant hydrosoluble, de mélanger successivement :

- eau
- antimousse
- mouillant
- latex synthétique
- 15 - "aquapel"

Pour les bains contenant un liant hydrosoluble

- liant hydrosoluble
- eau
- antimousse
- 20 - mouillant
- "aquapel".

ETUDE 1 - Supports d'enduction pour revêtements de sol ou muraux

25 Les imprégnations ont été réalisées pour cette première étude sur une feuille fibreuse qui est un support de composition intermédiaire par rapport aux feuilles à haut taux de latex en masse décrites respectivement dans les demandes de brevet EP100720 et EP145522 déposées par la Demanderesse.

La feuille est obtenue suivant le procédé de fabrication décrit dans les demandes de brevet EP6390 et EP100720 à partir de:

- 30 - fibres de verre CPW 09-10 8,4 %
- cellulose 17,7 %
- carbonate de calcium 36,9 %
- latex DM 122 36,9 %

35 La feuille a été imprégnée au moyen d'une presse encolleuse alimentée avec les produits purs, mouillants ou liants,

et leurs mélanges.

La dépose en matières sèches sur la feuille est ajustée par une dilution plus ou moins importante de la solution d'imprégnation avec de l'eau.

5 Afin de prévenir l'apparition de mousse sur la machine industrielle un anti-mousse a été sélectionné et ajouté au bain.

Enfin un agent de collage alcalin à base d'alkylcétène dimère a été incorporé dans la solution d'imprégnation pour diminuer l'absorption superficielle en eau de la feuille après
10 traitement.

Les doses d'antimousse et d'agents de collage ajoutées aux divers bains d'imprégnation sont identiques pour tous les essais (tant pour les produits purs que les mélanges).

L'antimousse est ajouté à raison de 0,05% par rapport au
15 volume total du bain final.

L'agent de collage est ajouté à raison :

- de 5% en poids de produit commercial par rapport au poids de mouillant sec pour les bains contenant un mélange de liant et de mouillant.
- 20 - de 5% en poids de produit commercial par rapport au poids sec de produits purs pour le mouillant ou le liant en général ou par rapport au poids commercial pour la Nadavine LT (copolymère polyamide/polyamine-épichlorhydrine).

lère partie : Imprégnation avec les produits purs

25 Les résultats sont rassemblés dans le tableau I

A - les mouillants

Les deux mouillants utilisés sont :

- le PEG 400 de poids moléculaire 400,
- le BEROCEL 404, à base de polyoxydes d'alkylène et
30 produit par la Société BEROL.

1-Le PEG 400

On a vérifié le fait signalé dans l'art antérieur que les PEG de bas poids moléculaires se dégradent lorsque la température augmente. Pour satisfaire aux exigences de l'application visée avec
35 le support étudié, le PEG 400 a été sélectionné après divers

essais.

Le PEG 400 présente en effet une bonne efficacité pour la stabilité dimensionnelle et une faible dégradation thermique pour les températures rencontrées lors de la phase de transformation ultérieure envisagée. Il est d'ailleurs possible, en cas de besoin, de réduire la sensibilité du PEG à la température, par l'introduction en presse encolleuse d'agents stabilisants adaptés.

Les essais réalisés montrent qu'à forte dépose, le PEG 400 améliore la stabilité dimensionnelle de la feuille (Mesures Prüfbau) mais affecte considérablement les caractéristiques mécaniques. On note une baisse de résistance aux tractions à froid et à chaud, de la rigidité et de la résistance à la traction délamination (abrégee ci-après en RTD).

Lors de l'étuvage la feuille jaunit : cette perte de blancheur est due à la présence de PEG.

Les fortes déposes occasionnent le bullage ou le cloquage de la couche de plastisol lors de la gélification (160°C) et de l'expansion (200°C).

De plus les fortes déposes ne permettent pas de supprimer les points durs à la surface du plastisol qui sont des défauts dus au peluchage ; le bain d'imprégnation de la presse-encolleuse n'a en effet pas un pouvoir liant suffisant pour lier les fibres de verre à la surface de la feuille.

La dépose obtenue avec un bain de PEG 400 dilué à 35 % d'extraits secs permet d'obtenir un meilleur compromis entre le gain en stabilité dimensionnelle et la perte en caractéristiques mécaniques. La rigidité et les tractions, notamment à chaud, demeurent insuffisantes.

2-le BEROCEL 404

La stabilité dimensionnelle est inférieure à celle obtenue, à déposes égales, avec le PEG 400.

L'amélioration par rapport au support brut est insuffisante. Il n'a pas été constaté sur le type de feuille étudié, que ce produit permette de limiter le bullage du plastisol lors de l'enduction et de l'expansion, comme signalé dans le

document EP-A-18961.

Pour une stabilité dimensionnelle équivalente sur les feuilles imprégnées avec du PEG 400 ou du BEROCEL 404 on note en revanche, l'incidence encore plus particulièrement néfaste du BEROCEL 404 sur les propriétés mécaniques de la feuille, notamment:

- perte de rigidité,
- perte de résistance à la traction à froid,
- forte perte de résistance à la traction à chaud.

Les polyoxydes d'alkylène purs ne permettent pas sur ce type de feuille fibreuse d'apporter la stabilité dimensionnelle en évitant les effets négatifs déjà connus de l'Homme de métier.

B - les liants

1-les latex synthétiques

L'amélioration par rapport à la feuille brute de la stabilité dimensionnelle est trop faible pour présenter un intérêt.

On note cependant que les meilleurs résultats sont obtenus à déposes équivalentes et pour des latex de même composition chimique, avec les latex ayant la plus faible tension superficielle (ainsi le latex 3718 dans la famille des latex styrène butadiène utilisé).

2-Les liants hydrosolubles

a) les polymères polyamide/polyamine-épichlorhydrine

Les produits (Nadavine LT, Kymène 577 HV...) n'ont pratiquement aucune influence sur la stabilité dimensionnelle et ils ne nuisent pas aux caractéristiques mécaniques.

Aucune difficulté particulière n'est apparue lors de la transformation : notamment aucun bullage du plastisol.

L'imprégnation de la feuille a permis de façon suprenante d'améliorer de près de 100% la RTD sans ennui lors de la transformation.

Ce résultat est d'autant plus surprenant que les fortes déposes de latex, jusqu'à présent nécessaires à l'amélioration de la RTD, conduisent à un bullage très marqué du plastisol lors de la transformation.

b) amidon et alcools polyvinyliques (PVA)

On ne note aucune amélioration de la stabilité dimensionnelle.

2eme partie - Imprégnation avec des mélanges

Les résultats sont rassemblés dans le tableau II.

5 A- Mouillants et latex

On s'est aperçu que l'imprégnation de la feuille fibreuse avec un bain comprenant à la fois un mouillant et un latex permet, pour une même dépose en mouillant, d'améliorer fortement la stabilité dimensionnelle par rapport à l'imprégnation avec un mouillant pur.

Le résultat est d'autant plus surprenant que les latex utilisés seuls n'apportent dans les meilleures conditions qu'une faible amélioration de la stabilité dimensionnelle (Tableau I).

En comparant les résultats obtenus avec ceux des mouillants purs, on s'aperçoit qu'à stabilité dimensionnelle équivalente le mélange liant-mouillant permet de limiter considérablement les quantités de mouillant déposées et par contre coup de combattre efficacement les effets négatifs de ces mouillants pour la transformation ultérieure.

Sur l'ensemble des exemples correspondant à une dépose totale de 13g d'extrait sec de mélanges latex-mouillant ou de mouillants purs on constate que l'imprégnation avec le mélange latex-mouillant permet de déposer deux fois moins de mouillant pour un même niveau de stabilité dimensionnelle et aussi de renforcer sensiblement les caractéristiques mécaniques, notamment la rigidité et les tractions à froid et à chaud, tout en supprimant le toucher gras, l'effet de transparentisation et les problèmes de bullage.

A stabilité dimensionnelle égale et pour un même latex la lecture du tableau II permet d'observer que les mélanges avec PEG permettent de réduire la dépose en mouillant et donc d'obtenir de meilleurs résultats sur le plan des caractéristiques physiques par rapport aux polyoxydes d'alkylène. On constate notamment en plus de la stabilité dimensionnelle :

- une meilleure rigidité,
- une meilleure blancheur après étuvage,

- de meilleures tractions à froid et à chaud
sans inconvénient majeur sur le bullage et la régularité de
l'épaisseur de la couche de plastisol.

5 Du fait de la faible dépose en mouillant, un autre
avantage du PEG sur le BEROCEL 404 est l'absence de bullage du
plastisol pour les feuilles traitées avec un mélange latex-PEG 400
contrairement à celles traitées avec un mélange latex-BEROCEL404.

10 De plus on s'aperçoit à nouveau en comparant les
résultats obtenus avec les latex styrène-butadiène que les
meilleurs résultats correspondent aux latex ayant des tensions
superficielles aussi faibles que possible.

15 On remarque par ailleurs dans le tableau II que
l'utilisation de mélanges contenant des latex styrène-butadiène
provoque une forte baisse des valeurs de RTD vis-à-vis de mélanges
contenant d'autres latex.

20 Ceci est dû au fait que les feuilles utilisées pour cette
étude sont peu poreuses et que le styrène-butadiène crée une
barrière vis-à-vis des plastifiants. On constate une faible
pénétration de ceux-ci lors de l'enduction avec le plastisol, donc
une moindre cohésion entre la feuille traitée et la couche de
plastisol.

B-Mouillants et liants hydrosolubles

1- Mouillants et polymères polyamide/polyamine- épichlorhydrine (Nadavine LT)

25 Si l'on compare les résultats obtenus pour une dépose de
13g/m² de matière sèche de mélange PEG-Nadavine et de PEG pur on
constate un gain important en stabilité dimensionnelle qui
s'accompagne d'une amélioration de la rigidité, des tractions à
chaud et à froid et d'une diminution du jaunissement à la
30 température.

On note que les résultats obtenus avec le mélange KYMENE-
PEG sont comparables à ceux relatifs au mélange Nadavine-PEG.

35 Les exemples du tableau II mettent aussi en évidence
l'avantage des mélanges PEG-Nadavine sur les mélanges BEROCEL 404-
Nadavine tant sur le plan de la stabilité dimensionnelle que des

caractéristiques physiques.

2- Mouillant et amidon ou PVA

On note sur le tableau II qu'il y a, à dépose égale en extrait sec et à stabilité dimensionnelle égale, une amélioration de la rigidité, et de la blancheur par rapport au PEG 400 seul.

ETUDE 2 - Support poreux sans latex en masse

Les résultats sont rassemblés dans le tableau III.

Le support utilisé a été obtenu à partir de :

- | | | |
|--------------------------------|--------------------|---|
| - fibres cellulosiques à 20*SR | 80,6% en poids sec | |
| - fibres de verre CPW 09-10 | 18,4% | " |
| - Nadavine LT | 1,0 % | " |

On a vérifié par cette étude que les résultats obtenus avec le support d'enduction pour revêtement de sol et muraux se retrouvent pour ce type de papier.

Ayant constaté les avantages techniques et économiques qu'il y a à utiliser le PEG 400, les essais n'ont été réalisés qu'avec ce mouillant.

La préparation des bains est analogue à celle de l'Etude 1.

2ème partie : Les imprégnations avec les produits purs.

Le PEG à forte dépose permet d'obtenir une bonne amélioration de la stabilité dimensionnelle mais il provoque une perte de traction à chaud et une perte de rigidité par rapport aux caractéristiques de la feuille brute.

Le latex ou la Nadavine LT n'apporte aucune amélioration de la stabilité dimensionnelle.

2ème partie : Les imprégnations avec des mélanges

1- mélange PEG 400 + Nadavine LT

On comparant les essais III2 et III6 on constate qu'à déposes équivalentes de mélange ou de mouillant pur la stabilité dimensionnelle de la feuille est trois fois plus importante.

On note de plus une amélioration de la rigidité et de la traction à chaud ainsi qu'une diminution du peluchage des fibres à la surface de la feuille.

2- mélange PEG 400 + latex

Le latex est le DM 122.

On constate en comparant les essais III 2 et III 5 qu'avec une dépose plus faible de matière sèche de mélange on obtient une stabilité dimensionnelle équivalente.

5 A stabilité dimensionnelle équivalente l'imprégnation avec le mélange permet de diminuer de plus de moitié la dépose en PEG 400 et d'améliorer la traction à chaud et la rigidité.

La présence du latex dans le bain d'imprégnation augmente le pouvoir liant du bain et permet d'éliminer le peluchage des
10 fibres à la surface de la feuille.

ETUDE 3 - Papier pour affiche devant rester stable lors de variations importantes d'atmosphère

Les résultats sont rassemblés dans le tableau IV.

Le support utilisé a été obtenu à partir de :

- 15 - fibres cellulosiques 54 % en poids sec
- reprise de cassé 22 %
- fibres de verre CPW09-10 7,6%
- carbonate PR4 16 %
- amidon cationique 0,4 %

20 La préparation des bains est analogue à celle de l'Etude 1.

lère partie - l'imprégnation avec les produits purs

La Nadavine LT et le latex n'influent pas sur la stabilité dimensionnelle.

25 Le PEG améliore la stabilité dimensionnelle mais on note une baisse en traction à froid et en rigidité.

La traction à chaud étant sans intérêt pour ce type de papier n'a pas été mesurée.

2ème partie - L'imprégnation avec les mélanges

Le latex utilisé est le latex 3720.

30 Les mélanges permettent à nouveau d'obtenir une stabilité dimensionnelle supérieure tout en apportant moins de PEG 400 à la feuille.

Les mélanges permettent de limiter les pertes de caractéristiques physiques par rapport aux valeurs mesurées pour le
35 papier avant imprégnation.

Les mélanges permettent de diminuer l'aspect gras du papier. On a constaté pour les papiers imprégnés avec un mélange de mouillant et de liant selon l'invention une amélioration de l'aplat du papier qui permet notamment un meilleur rendu des impressions en fond uni.

ETUDE 4 - Essais industriels sur des supports d'enduction pour revêtements de sol ou muraux

Afin de vérifier les résultats expérimentaux obtenus en laboratoire deux essais industriels ont été réalisés sur une machine à papier de type FOURDRINIER.

I - Essai Ell83

Il s'agit d'une feuille chargée à haut taux de latex obtenue suivant le procédé décrit dans la demande de brevet français EP145522.

La feuille a la composition suivante :

fibres cellulosiques à 20*SR	12,4 %
Carbonate (OMYALITE 60)	51,6 %
Latex DM 122	30,1 %
Fibres de verre CPW09-10	5,8 %

Cette feuille a été imprégnée sur ses deux faces par passage dans la presse-encolleuse de la machine avec un bain comprenant :

- eau	50 litres
- antimousse NOPCO NXZ	0,15% en vol. du bain final
- BEROCEL 404	50 kg
- Latex 6171	100 kg commercial
- "aquapel"	2,5 litres commercial

Extrait sec du mélange final 48 %.

La dépose obtenue a été de 25 g/m² sec (total des 2 faces). On note que cette imprégnation avec un mélange BEROCEL 404-latex 6171 a permis d'améliorer la stabilité dimensionnelle mais au détriment de la traction à chaud (Tableau V).

On a ensuite comparé sur un même support issu de cet essai industriel les performances des imprégnations avec le bain précédent et un nouveau bain dans lequel le BEROCEL 404 a été

remplacé par la même quantité de PEG 400.

Pour obtenir une même stabilité dimensionnelle la dépose en mélange BEROCEL 404-latex est deux fois plus importante que pour le mélange PEG 400-latex (Tableau V bis).

- 5 De plus le mélange PEG 400-latex permet d'obtenir une meilleure rigidité et une meilleure traction à chaud.

Cet essai a permis de vérifier l'intérêt d'imprégner la feuille avec un mélange PEG 400-latex pour améliorer la stabilité dimensionnelle.

10 II- Essai El193

Il s'agit d'une feuille non chargée à haut taux de latex obtenue suivant le procédé décrit dans les demandes de brevet EP 6390 et EP100720.

La feuille a la composition suivante :

- 15 fibres cellulosiques à 20*SR 34,2 % en poids
Fibres de verre CPW09-10 15,2 %
Latex DM 122 50,6 %

Cette feuille a été directement imprégnée sur ses deux faces sur la machine à papier avec un bain comprenant :

- 20 - eau 394 litres
- antimousse NOPCO NXZ 0,4 l
- PEG 400 145 kg
- Latex 3726 290 kg commercial
- "aquapel" 7,25 litres commercial

- 25 Extrait sec du mélange final 31 %.

La dépose obtenue a été de 25 g/m² sec (total des deux faces).

- 30 Les résultats du tableau VI montrent que le bain d'imprégnation à base de PEG 400 et de latex permet d'améliorer fortement la stabilité dimensionnelle de la feuille.

On note que cette imprégnation n'occasionne qu'une faible perte en rigidité et en traction à froid.

- 35 La perte en traction à chaud est plus sensible mais son niveau reste satisfaisant. A noter de plus une amélioration de la RTD.

L'imprégnation avec le bain PEG 400-latex permet d'obtenir un niveau de stabilité dimensionnelle meilleur sans dégrader sensiblement les caractéristiques mécaniques essentielles de la feuille (Tableau VI).

5 ETUDE 5 - Support de revêtement mural minéral

Il s'agit d'une feuille mince chargée à bas taux de latex qui est obtenue suivant le procédé décrit dans la demande de brevet européen EP6390.

10 Pour ce type d'application on comprend aisément que l'on désire obtenir une stabilité dimensionnelle aussi bonne que possible.

Il a été constaté lors d'études préalables que l'utilisation de mouillants seuls perturbait trop les caractéristiques physiques essentielles (perte de rigidité, de
15 traction et d'opacité).

On a vérifié que dans ce type d'application l'utilisation des mélanges apportant moins de mouillant et donc perturbant moins les caractéristiques physiques essentielles conduit à une bonne
20 amélioration de la stabilité dimensionnelle sans les inconvénients des mouillants seuls.

On a donc imprégné avec différents bains et imprégnations une feuille ayant la composition suivantes :

fibres cellulosiques à 20*SR 31,4 % en poids

Fibres de verre CPW09-10 4,7 %

25 Carbonate PR 4 58,1 %

Latex SBR 86815 5,8 %

Le grammage est de 130g/m².

La stabilité dimensionnelle a été mesurée sur un appareil de type FENCHEL. L'éprouvette a été étuvée 2 minutes à 200°C avant test
30 et la mesure de l'allongement effectuée après 8 minutes d'immersion dans l'eau.

La stabilité dimensionnelle de la feuille brute est de 0,85%.

Imprégnation 1

35 Le bain alimentant la presse-encolleuse comprend :

- eau 100 g
- antimousse NOPCO NXZ 0,4 g
- PEG 400 100 g
- Latex 3726 185 g commercial
- 5 - "aquapel" 5 g commercial

Extrait sec du mélange final 30 %.

La dépose a été effectuée à raison de 10,3g/m² sec (total des 2 faces).

La stabilité dimensionnelle mesurée est de 0,35 % soit un gain de plus de 50 % par rapport à la feuille brute.

Imprégnation 2

On a remplacé dans le bain d'imprégnation 1 le latex 3726 par une quantité équivalente de latex CE 35.

L'extrait sec du mélange final était de 30 %.

15 La dépose a été effectuée à raison de 11g/m² sec (total des 2 faces).

La stabilité dimensionnelle est de 0,27% soit encore un gain très important de stabilité dimensionnelle.

Imprégnation 3

20 Le bain d'imprégnation ne contient plus de latex synthétique mais de la Nadavine LT.

Le bain comprend :

- eau 245 g
- Nadavine LT 100 g commercial
- 25 - PEG 400 100 g commercial
- "Aquapel" 5 g

Extrait sec du mélange final 25 %.

La dépose a été effectuée à raison de 11,1 g/m² sec (total des 2 faces).

30 La stabilité dimensionnelle est à nouveau de 0,27%.

ETUDE 6 - INFLUENCE DE L'IMPREGNATION SUR LE TAUX DE FIBRES DE VERRE

35 Pour certaines applications une stabilité dimensionnelle élevée est recherchée qui ne peut être obtenue que par l'addition de taux de fibres de renfort importants dans la masse du papier.

La présence de quantités importantes de fibres de renfort peut présenter des inconvénients techniques en fonction de l'utilisation finale du papier obtenu, ou économiques en raison du coût de certaines qualités de fibres de renfort telles que les
5 fibres polyester.

Il peut donc être souhaitable d'obtenir le niveau de stabilité dimensionnelle recherché pour la feuille finale tout en limitant les quantités de fibres de renfort introduites.

Considérant les fibres de verre, le papetier sait que de
10 telles fibres améliorent la stabilité dimensionnelle des feuilles papetières; elles sont en particulier utilisées à cet effet dans la composition des supports d'enduction pour revêtements de sol, des tentures murales et des affiches. Cependant, il est connu du papetier que l'ajout de quantités trop importantes de fibres de
15 verre est nuisible (cf. le début de ce mémoire).

Nous avons donc réalisé une étude comparative pour mettre en évidence l'utilité du traitement chimique de l'invention pour diminuer les taux de fibres de verre tout en maintenant, voire en améliorant, la stabilité dimensionnelle de la feuille papetière.

20 Les supports sont obtenus à partir de :
25 parties en poids sec de fibres cellulosiques,
50 parties en poids sec de craie,
2,5 ou 4 parties en poids sec de fibres de verre
5 parties en poids sec de latex.

25 Les résultats de cette étude sont consignés dans le tableau VII.

Nous avons vérifié que :

- la stabilité dimensionnelle dépend bien du taux de fibres de verre pour les papiers non traités selon l'invention, et
30 que

- la stabilité dimensionnelle des supports contenant 2,5 parties de fibres de verre et imprégnées selon l'invention est très nettement supérieure à celle du support non imprégné et contenant 4 parties de fibres de verre.

ETUDE 7 - INFLUENCE DU RAPPORT MOUILLANT/LIANT SUR LE NIVEAU DE STABILITE DIMENSIONNELLE

Dans le domaine des revêtements de sol et des revêtements muraux, on connaît, du fait du dégagement de produits volatiles
5 tels que l'humidité contenue dans le support, un phénomène de cloquage du matériau synthétique couché sur le support lors du traitement thermique nécessaire pour provoquer la prégélification ou l'expansion (160-200°C)) dudit matériau.

Pour vérifier l'effet des mouillants de nos compositions
10 d'imprégnation nous avons réalisé des essais en faisant varier le rapport mouillant/liant dans différentes compositions d'imprégnation et en comparant divers mouillants.

Les résultats de cette étude sont consignés dans le tableau VIII.

15 Il ressort de ces essais que :

a) Pour des mélanges d'un mouillant et d'un liant donnés, la diminution du rapport mouillant/liant permet de supprimer le phénomène de cloquage tout en conservant un très net avantage en stabilité dimensionnelle par rapport au support brut.

20 b) Avec un même liant, une même dépose et des rapports mouillant/liant comparables, on obtient en remplaçant le PEG 400 par le PEG 600 une stabilité dimensionnelle améliorée et un cloquage sensiblement équivalent.

25 c) Dans les mêmes conditions d'utilisation qu'au paragraphe b), le BEROL 404 donne d'aussi bons résultats que les PEG 400 et 600 quant au cloquage mais le BEROL 404 est moins efficace que ces PEG pour améliorer la stabilité dimensionnelle.

L'essai VIII-4 met en évidence que l'on peut diminuer de façon importante la quantité de PEG 400 tout en obtenant un gain
30 net en stabilité dimensionnelle par rapport au support brut.

ETUDE 8 - INFLUENCE DU CHOIX DU LATEX SUR LA STABILITE DIMENSIONNELLE

Dans cette étude nous mettons en évidence que les latex n'ont pas tous la même efficacité pour améliorer la stabilité
35 dimensionnelle selon le procédé de traitement de l'invention.

Nous avons réalisé des essais d'imprégnation à partir d'une même composition de base comprenant 15 parts en poids sec de PEG 400 et 85 parts en poids sec de latex.

5 Le support à imprégner est le même pour tous les essais, il s'agit d'un support industriel pour tenture murale (E 1235 IN 3) dont le grammage est de 154 g/m obtenu à partir d'une composition comprenant :

25 parts en poids sec de fibres cellulosiques (20° SR)
4 parts en poids sec de fibres de verre
10 50 parts en poids sec de latex styrène butadiène carboxylé.
La dépose est de 15 g/m de produits secs pour tous les essais.

Les résultats sont consignés dans le tableau IX.

On constate que :

15 - selon la nature chimique du latex et à tension superficielle équivalente, le niveau de stabilité dimensionnelle obtenu peut être très différent, et que :

- pour des latex de même nature chimique, ce sont ceux qui ont la plus basse tension superficielle et la plus haute
20 température de transition vitreuse qui conduisent aux meilleurs résultats. Ce sont les latex les plus mouillants et les plus rigides qui conduisent, en combinaison avec le PEG, aux meilleures stabilités dimensionnelles.

Le choix du latex sera donc guidé :

25 - par la compatibilité chimique du latex choisi avec les produits utilisés dans les étapes ultérieures éventuelles de transformation du support imprégné, par exemple la compatibilité du latex avec le plastisol utilisé pour la fabrication de revêtement de sol.

30 - par la tension superficielle et la température de transition vitreuse du latex.

L'exemple IX-6 de cette étude montre qu'il est possible d'obtenir une très bonne amélioration de la stabilité dimensionnelle, même avec un rapport mouillant/liant de 15/85. Il
35 montre aussi l'utilisation de liants particuliers qui permet

d'employer moins de mouillant dans le mélange d'imprégnation pour obtenir un niveau de stabilité dimensionnelle encore remarquable par rapport à celui du support brut.

ANNEXE 1

METHODES UTILISEES POUR MESURER LES CARACTERISTIQUES PHYSIQUES

Traction à froid

05 Tractions réalisées conformément à la norme NF Q 03-004 de
Novembre 1971.

Cette norme correspond à la norme internationale ISO
1924/1976

Dimension de l'éprouvette 15mm/100mm

Durée de la traction 20 + 5 s

10 Traction à chaud

Tractions réalisées suivant le même mode opératoire que
précédemment. Cependant les tractions sont effectuées sur des
éprouvettes se trouvant dans un four maintenu à la température de
200°C.

15 Rigidité Taber

La rigidité Taber a été mesurée en suivant les
instructions de la norme TAPPI T 489 OS-76.

Blancheur

20 La blancheur a été déterminée à l'aide d'un photovolt en
mesurant la réflectance d'un flux lumineux à 457 nm. Les mesures
ont été réalisées conformément à la norme TAPPI T 452OM-83.

Allongement à l'humidité

25 Cette mesure a été effectuée à l'aide d'une armoire
spéciale permettant d'obtenir différents degrés d'humidité
relative (constructeur PRUEFBAU).

Les mesures ont été effectuées conformément à la norme
allemande DIN 53130.

Bullage

30 Les valeurs indiquées correspondent à un classement visuel
des états de surface.

Traction délamination - RTD

Il s'agit d'une mesure de traction à l'aide d'un
dynamomètre sur une éprouvette de 5cm de large.

35 L'éprouvette est taillée dans une feuille recouverte d'une
couche de plastisol expansé.

Pour réaliser la mesure on amorce la délamination dans la feuille support enduite de la couche de plastisol. Les deux parties sont fixées aux mâchoires du dynamomètre.

05 La valeur de la traction enregistrée correspond à la force qui doit être exercée pour détacher la couche de plastisol expansé du support.

ANNEXE II : Listes de produits utilisés

Produit	Extrait : sec des : liquides	Nature chimique	Fournisseur	Tension : superficielle : mN / m
<u>Mouillants</u>				
PEG 400	100	polyéthylène glycol	DOW	
BEROCEL 404	100	polyoxyde d'alkylène	BEROL	
Latex :				
Latex 6779	50	acrylique	POLYSAR	40-45
Latex EP 3030	44	acrylique	POLYSAR	38
Latex 3726	53	styrène butadiène carboxylé	POLYSAR	35
Latex 6106	49	acrylique	POLYSAR	36
Latex 6171	51	acrylique carboxylé	POLYSAR	35
Latex 3718	50	styrène butadiène carboxylé	POLYSAR	<35
Latex 615	50	styrène butadiène carboxylé	DOW	45 - 55
Latex 86815	50	styrène butadiène carboxylé	DOW	
latex CE 35	50	acétate de vinyle-chlorure de vinyle-éthylène	WACKER	35
MOWILITH DM 122	50	acétate de vinyle-chlorure de vinyle-éthylène	HOECHST	
<u>Liants hydrosolubles</u>				
AMISOL 5591	Poudre	Amidon	Sté des produits du Mais	
Nadavine LT	20	polyamide/polyamine-épichlor- hydrine	Bayer	
<u>Produits auxiliaires</u>				
NOPCO NXZ	100	antimousse	Diamond Shamrock	
CPW 09-10		fibres de verre 4,5mm/10um	VETROTEX	
CRAIE PR4	Poudre	carbonate de calcium	Blancs Minéraux	
OMVALITE 60	Poudre	carbonate de calcium	OMYA Paris	
Aquapel		agent de collage	HERCULES	

TABLEAU I

Produits Purs

Bains d'imprégnation				caractéristiques du support imprégné											
compositions				Support étuvé 2 min. 200°C											
Liants (reprises g/m2)	Mouillants (reprises g/m2)	E.S. %	support brut		traction (N)	Blancheur	Rigidité TABER	après enduction PVC	bullage 160°C	RID 2 faces (g/cm)	bullage 200°C				
			g	Ep. Main											
I.1	-	-	235	274	1,16	113	14,4	0,11	0,18	60	67	9	0	370	0
I.2			100	283	286	1,01	57	0,02	0,07	50	42,5	4	très fort	270	très fort
I.3			50	252	285	1,13	54	0,03	0,08	56,5	57,5	4	très léger	350	0
I.4			35	238	276	1,15	83	0,06	0,11	56	60	6	0	360	0
I.5			100	284	283	0,99	50	0,09	0,19	41,5	43	3	très fort	230	fort
I.6			50	260	270	1,03	74	0,07	0,15	54	55	5	0	380	0
I.7	Nedavire LT(9)		20	250	282	1,12	116	0,09	0,17	55	54	10	0	650	0
I.8	Kynène (5)		12,5	244	280	1,14	115	0,09	0,17	55	59,5	11	0	420	0
I.9	Latex 6106(20)		50	254	284	1,11	133	0,13	0,22	58,5	60,5	12	0	450	0
I.10	Latex DM 122(21)		50	255	284	1,11	129	0,10	0,19	56,5	58,5	13	très fort	540	très fort
I.11	Latex Dow 615(21)		50	245	280	1,14	132	0,10	0,17	54	52	12	très fort	55	très léger
I.12	Latex 3726 (19)		50	256	281	1,09	135	0,10	0,17	56	57,5	11	très fort	35	très léger
I.13	Latex 6171 (20)		50	261	286	1,09	126	0,09	0,17	58	59	11	très fort	510	très léger
I.14	Latex 3718(19)		50	252	282	1,11	143	0,08	0,15	57	59	11	très fort	35	très léger
I.15	Latex 3718 (14)		35	241	278	1,15	126	0,09	0,17	59	59	12	fort	80	très léger
I.16	PVA 498 (9,5)		20	242	281	1,16	149	0,13	0,20	56	57	14	très fort	370	très fort
I.17	Anisol 5591 (8)		20	245	295	1,20	130	0,12	0,19	60	54	13	fort	240	très fort

I.B. E.S. : Extraits secs,

g : grammage (g/m²)

Ep. : Epaisseur (µm)

Température : température ambiante

% H.R. : % d'humidité relative

main : épaisseur/grammage

TABLEAU II

Mélanges Liants-Mouillants

Bains d'imprégnation				support brut: traction		caractéristiques du support imprégné						
compositions						sens marche		support étuvé 2 min. 200°C				
No.	Liantes (reprises g/m2)	Mouillants (reprises g/m2)	E.S. %	g	Ep. Main	(N)	Température 200°C	Blanchéur Toile	Rigidité TABER sens marche (g/cm)	après enduction PVC		
										Prufbau sens marche (%allongement 65-15 98-15 %H.R. % H.R.)	bullage 160°C	RID 2 faces (g/cm)
II.1	Nedavine LT(3,7)	PEG 400 (18,5)	50	262	285	1,08	13,5	59	8	0	390	0
II.2	" (2,0)	PEG 400 (11,0)	30	250	278	1,11	14	61	9	0	370	0
II.3	" (3,8)	BEROCEL 404 (19,2)	50	264	273	1,03	7	52	5	fort	340	0
II.4	" (2,0)	BEROCEL 404 (11,0)	30	243	274	1,12	8	55	5	léger	360	0
II.5	Latex 6106 (9,8)	PEG 400 (9,8)	50	251	285	1,13	13	53	9	assez fort	540	assez fort
II.6	" (6,6)	" (6,6)	35	244	278	1,13	14	61	11	0	440	0
II.7	DM 122 (6,6)	PEG 400 (6,6)	35	245	298	1,21	13	60	10	0	435	0
II.8	DM 122 (10)	BEROCEL 404 (10)	50	250	269	1,07	07	55	6	fort	430	très léger
II.9	Dow 615 (6,3)	PEG 400 (6,3)	35	253	300	1,18	154	54	13	léger	245	0
II.10	Latex 3726 (6,3)	" (6,3)	35	246	281	1,14	14,6	60	8	0	220	0
II.11	Latex 3726 (10,9)	BEROCEL 404 (10,9)	50	251	273	1,08	8,5	57	8	très fort	150	très léger
II.12	Latex 6171 (6,3)	PEG 400 (6,3)	35	248	276	1,11	13	57	8	0	410	0
II.13	Latex 6171 (10,2)	BEROCEL 404 (10,2)	50	257	285	1,10	11	55	8	fort	360	très léger
II.14	Latex 3718(10)	PEG 400 (10)	50	252	278	1,10	13	59	8	très fort	250	léger
II.15	Latex 3718 (6,2)	" (6,2)	35	251	276	1,09	105	60	10	fort	250	très léger
II.16	EVA 498 (2,5)	" (10)	28	250	283	1,13	13	61	10	0	400	0
II.17	Amisol 5591 (2,5)	" (8)	28	240	268	1,11	125	61	10	0	440	0

N.B. E.S. : Extraits secs

g : grammage (g/m²)

Ep. : Epaisseur (μm)

Température : température ambiante

% H.R. : % d'humidité relative

main : épaisseur/grammage

TABLEAU III

B a i n s d ' i m p r é g n a t i o n				:support brut		Traction		caractéristiques du support imprégné		
No.	Compositions		E.S.	g	Ep.	Main	(N)	support étuvé 2 min. 200°C Prufbau sens travers (%allongement) 65-15 98-15 % H.R. % H.R.	Rigidité TABER sens marche (g/cm)	Peluchage
	Liants reprise g/m2	Mouillants reprise g/m2	%							
III.1	-	-	-	148	250	1,68	75	0,25 0,51	18	assez fort
III.2	-	PEG 400 (48)	50	208	300	1,44	20	0,09 0,19	10	léger
III.3	DM 122 (32)	-	50	179	238	1,60	53	0,21 0,48	25	0
III.4	Nadavine LT(12)	-	20	168	298	1,77	74	0,22 0,45	16	assez fort
III.5	DM 122 (18)	PEG 400 (18)	50	183	289	1,58	40	0,11 0,16	14	0
III.6	Nadavine LT (7)	PEG 400 (35)	50	185	310	1,67	37	0,03 0,07	15	très léger
III.7	" (3,5)	" (18)	25	169	310	1,83		0,19 0,24	17	très léger

N.B. E.S. : Extraits secs,
 g : grammage (g/m²)
 Ep. : Epaisseur (µm)
 Tambiante : température ambiante
 % H.R. : % d'humidité relative
 main : épaisseur/grammage

TABLEAU IV

Bains d'Imprégnation			Etat du papier -- aspect	Caractéristiques de support imprégné							
Compositions				PRUFBAU*	% H.R.	opacité blancheur	rigidité:traction				
No	Liants (reprise g/m2) sec	Mouillants (reprise g/m2) sec	ES %		65-15,98-15 g/m²		S M g/cm	S M N			
-	-	-	-	R.A.S	0,35	0,97	107	92	1	4,0	55,5
Latex 3726(16)	-	-	35	R.A.S	0,30	0,76	122	89,5	1	4,7	102,2
Nadavine LT(12)	-	-	20	R.A.S	0,32	0,80	119	92	1	3,3	83,2
-	-	BEROCEL 404 (92)	100	très gras	0,21	0,82	198	62,5	4	2,7	24,5
-	-	PEG 400 (99)	100	très gras	0,05	0,34	194	61,2	3	1,2	16,3
-	-	PEG 400 (43)	50	gras	0,17	0,51	157	71,5	3	1,0	14,7
Navadine LT(7,7)	-	PEG 400 (38,3)	50	légér. gras	0,08	0,24	154	75,6	3	1,8	31,5
" (1,8)	-	" (9,2)	25	R.A.S	0,31	0,58	116	92,0	2	2,8	44,2
Navadine LT(8,3)	-	BEROCEL 404(41,7)	50	légér. gras	0,21	0,61	158	72,0	4	2,6	42,7
" (4,3)	-	" (21,7)	25	légér. gras	0,06	0,26	138	88,2	3	2,1	31,4
Latex 3726 (21)	-	PEG 400 (21)	50	légér. gras	0,11	0,20	150	77,0	2	2,6	53
" (11)	-	" (11)	35	légér. gras	0,29	0,62	129	89,0	1	3,7	85

R.A.S rien à signaler
S.M. sens marche

N.B. blancheur : 1 le plus blanc
2 très légèrement jaune
3 légèrement jaune
4 le plus jaune

*% allongement

TABLEAU V

	Support brut	Support imprégné
grammage (g/m^2)	297	322
épaisseur (μm)	304	305
main ($\frac{\mu\text{m} \cdot \text{m}^2}{\text{g}}$)	1,02	0,95
rigidité Taber sens marche (g/cm)	11	9
sens travers (g/cm)	9	4
traction à chaud (N) 2 min.-200° C	13	7
RTD (g/cm)	320	350
Prufbau (%allongement)		
65 - 15 % HR	0,11 %	0,06 %
98 - 15 % HR	0,18 %	0,12 %

TABLEAU VI

	Support brut	Support imprégné
grammage (g/m^2)	204	227
épaisseur (μm)	349	335
main ($\mu\text{m.m}^2/\text{g}$)	1,71	1,45
rigidité Taber (g/cm)		
sens marche	27	24
sens travers	17	14
traction à froid (N)		
sens marche	169	167
traction à chaud (N)		
2 min.-200° C	22	16
sens marche		
RTD 2 faces g/cm	255	290
Prufbau (%allongement)		
65 - 15 % HR	0,10 %	0,05 %
98 - 15 % HR	0,19 %	0,09 %

TABLEAU VII

	MP 19 863	MP 19 865		
<u>supports bruts</u>				
Fibres de verre grammage (g/m ²)	4		2,5	
Epaisseur (μm)	139,6		133,6	
Main (μm.m/g)	207		191	
Cendres %	1,48		1,43	
	35,2		34,5	
Dépose g/m ²	-	-	10*	20*
<u>Stabilité dimen-</u> <u>sionnelle.</u>				
<u>Etuvé 2' à 200° C</u> <u>(FENCHEL)</u>	0,60	0,89	0,43	0,3
(% allongement)				
<u>Rupture à froid</u> <u>(N)</u>				
- sens marche	47,6	52	53	46
- sens travers	21,8	21,6	-	-
<u>Rupture à chaud</u> <u>(N)</u>				
-sens marche	8,7	11,4	13	13
<u>Rigidité TABER</u> <u>(g/cm)</u>				
- sens marche	-	3,4	3,2	2,9
- sens travers	-	1,3	1,7	1,6

Composition d'imprégnation :

* Latex EP 3030 50 % en poids sec

PEG 400 50 % en poids sec.

B A I N D ' I M P R E G N A T I O N		S U P P O R T I M P R E G N E			
COMPOSITIONS Latex-Mouillant (% en poids)	REPRISES (g/m2)		STABILITE DIMENSIONNELLE (% Allongement)	CLOUAGE (Appréciation)	
	totales	Latex Mouillants			
VIII 1	EP 3030 (50)	19,3	9,65	0,28	fort
VIII 2	PEG 400 (50)	10,7	5,35	0,35	assez fort
VIII 3	(67)	17,1	11,4	0,30	moyen à fort
VIII 4	(75)	10,0	6,7	0,39	faible à moyen
VIII 5	(85)	15,9	12,0	0,33	faible
VIII 6	EP 3030 (50)	9,3	7,0	0,48	très faible
VIII 7	PEG 600 (50)	13,2	11,2	0,47	sans
VIII 8	EP 3030 (50)	20,5	10,25	0,21	fort
VIII 9	(75)	10,9	5,45	-	assez fort
VIII 10	BEROL 404 (50)	16,0	12,0	0,31	faible
	EP 3030 (50)	9,9	7,5	-	très faible
	(75)	20,3	10,15	0,32	-
	CE 35 (50)	9,4	4,7	-	-
	(75)	17,8	13,35	0,38	faible
	PEG 400 (50)	9,6	7,2	-	sans
	(75)	19,5	9,75	0,22	fort
	CE 35 (50)	10,0	5,0	0,35	assez fort
	(75)	20,2	15,15	0,30	faible à moyen
		11,0	8,25	0,36	faible

Le support brut MP 20 710 a un grammage de 135 g/m² et une stabilité dimensionnelle de 0,8 %
 * Mesure avec un appareil du type FENCHEL après immersion 8 mn dans l'eau.

0190069

TABLEAU IX

ESSAI	LATEX NATURE CHIMIQUE	REFERENCE	TENSION SU- PERFICIELLE (mN/m)	TEMPERATURE DE TRANSITION VITREUSE (Tg) (°C)	STABILITE DIMEN- SIONNELLE* (% allongement)
IX.1	Styrène butadiène carbo- xylé	POLYSAR 3726	< 35	+ 3	0,68
IX.2	Styrène butadiène carbo- xylé	POLYSAR 3718	35	+ 8	0,60
IX.3	Acrylique	POLYSAR 6779	40 - 45	- 4	0,85
IX.4	Acrylique	POLYSAR 6106	36	+ 24	0,65
IX.5	Acrylique	POLYSAR EP 3030	38	+ 45	0,43
IX.6	Terpolymère éthylène/chlo- rure de vinyle/acétate de vinyle	WACKER-CE 35	35	+ 45	0,29

* Stabilité dimensionnelle mesurée avec un appareil du type FENCHEL 8min. d'immersion dans l'eau
Le support brut a une stabilité dimensionnelle de 1,35 %.

0190069



REVENDEICATIONS

1. Procédé de traitement destiné à améliorer la stabilité dimensionnelle d'une feuille fibreuse obtenue par voie papetière et dont au moins une partie des fibres sont des fibres hydrophiles, notamment cellulosiques, par imprégnation de la feuille avec une composition chimique comprenant au moins un mouillant et au moins un liant organique, caractérisé en ce que le ou les liants sont du type latex synthétiques ou liants hydrosolubles.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le bain d'imprégnation contient au moins 15 parties en poids sec de mouillant pour 100 parties en poids sec de liant et de mouillant.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le liant est un latex synthétique et que le bain d'imprégnation est obtenu en mélangeant successivement :

- de l'eau
- un antimousse
- le mouillant
- le latex synthétique
- et un agent de collage.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on utilise un latex synthétique présentant une tension superficielle inférieure à 40mN/m.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on utilise comme liant un liant hydrosoluble et que le bain d'imprégnation est obtenu en mélangeant successivement :

- le liant hydrosoluble
- de l'eau
- un antimousse
- le mouillant
- et un agent de collage.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1, 2 ou 5, caractérisé en ce qu'on utilise comme liant hydrosoluble une solution aqueuse de résine polyamide/polyamine-épichlorhydrine.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6,

caractérisé en ce qu'on utilise comme mouillant un composé chimique de la famille des polyglycols et leurs dérivés.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'on utilise le polyéthylèneglycol comme mouillant.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0190069

Numero de la demande

EP 86 40 0072

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 4)
D,A	EP-A-0 018 961 (ROCKWOLL) * En entier *	1,7	D 21 H 3/02
D,A	--- US-A-2 801 937 (P.S. HESS) * Colonne 3, ligne 13 - colonne 5, ligne 35; figures 1,2 *	1,7,8	
D,A	--- EP-A-0 042 259 (DEXTER CORP.) * Revendications 1-10 *	1,7	
D,A	--- GB-A- 770 730 (UNITED STATES RUBBER) * Page 1, ligne 20 - page 2, ligne 46 *	1,7	
D,A	--- FR-A-1 250 132 (ARMSTRONG CORK) * Résumé, points 1,3,6-8; page 4, colonne de droite, deuxième alinéa *	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 4)
D,A	--- FR-A-2 481 333 (BEIERSDORF) * Revendication 1; exemples 1-3 *	1,3,7,8	D 21 H
D,A	--- US-A-1 995 623 (G.A. RICHTER) * Revendication 1 *	1	
A	--- FR-A-1 182 430 (UPSON CO.) -----		
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 16-04-1986	Examineur NESTBY K.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	