(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 683 053**

(51) Int. Cl.:

D21H 19/54 (2006.01)
D21H 17/28 (2006.01)
D21H 21/18 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.02.2008** **E 08152014 (0)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.07.2018** **EP 1964969**

(54) Título: **Composiciones de recubrimiento**

(30) Prioridad:

27.02.2007 EP 07103158

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.09.2018

(73) Titular/es:

CARGILL, INCORPORATED (100.0%)
15407 McGinty Road West
Wayzata, MN 55391, US

(72) Inventor/es:

BERCKMANS, MARC CHARLES FLORENT;
GLITTENBERG, DETLEV y
ROUX, RUDY

(74) Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 683 053 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composiciones de recubrimiento

Campo técnico de la invención

La presente invención se refiere a composiciones de recubrimiento y, en particular, a composiciones de recubrimiento de papel que contienen materiales de almidón específicos.

Antecedentes de la invención

Las composiciones de recubrimiento se utilizan en muchos sustratos incluyendo, entre otros, metales, plásticos, textiles y papel. Ayudan a proteger y mejorar el tacto y el aspecto de las superficies a las que se aplican. También pueden mejorar otras características tales como la facilidad de impresión, la resistencia al agua, la reflectividad o la resistencia.

La preparación de una composición de recubrimiento dependerá de su uso final deseado. Típicamente, una composición de recubrimiento de papel (conocida también como "color de recubrimiento") contendrá pigmentos, aglutinantes y espesantes.

Los espesantes, en particular, tienen que ser elegidos muy cuidadosamente, ya que son responsables de determinar las propiedades reológicas de la composición de recubrimiento (tanto a alta como a baja cizalladura) y contribuirán a que tenga una estabilidad adecuada (por ejemplo, durante el almacenamiento o a las altas temperaturas requeridas para el secado). Con este fin, se han desarrollado muchos productos de almidón. El objetivo de estos desarrollos ha sido la producción de un almidón soluble en agua fría, barato, altamente estable y altamente viscoso.

La solubilidad en agua fría se considera realmente importante si se desea evitar la granulación de la superficie. También puede facilitar la aplicación de la composición de recubrimiento y, en general, puede mejorar las características generales del producto acabado. Por lo tanto, se han realizado muchas investigaciones para encontrar nuevas formas de aumentar la solubilidad en agua fría de los espesantes de almidón. El documento US6191116 (National Starch), por ejemplo, describe un procedimiento para obtener derivados de almidón solubles al 100 % en agua fría adecuados para su uso en composiciones de recubrimiento. El procedimiento implica deshidratar un sustrato de almidón y después someterlo a dextrinización en condiciones anhidras.

El documento US2849326 se refiere a una composición y método de preparación de un recubrimiento con pigmentos que contiene un alto contenido de sólidos para el papel y polímeros derivados del almidón.

El documento GB602223 se refiere a la fabricación de almidones solubles en agua fría e hinchables en agua fría y a su utilización en núcleos de arena, como aglutinantes de olor y para el recubrimiento y dimensionado de papel, textiles y similares.

Desafortunadamente, a pesar de todos estos esfuerzos, los almidones solubles en agua fría que se usan actualmente en la industria todavía tienen una serie de inconvenientes, siendo el más importante el coste. Los almidones solubles en agua fría convencionales se preparan por gelatinización en presencia de agua seguido de secado. La etapa de secado es costosa tanto en términos de tiempo como de energía. Los altos costes resultantes limitan el uso de estos almidones a aplicaciones de recubrimiento de valor añadido más alto.

Por lo tanto, es evidente que existe una necesidad en la técnica de un nuevo almidón soluble en agua fría que pueda ser utilizado a altas concentraciones en composiciones de recubrimiento sin aumentar de forma prohibitiva su coste. La presente invención proporciona tal almidón.

Sumario de la invención

Una composición de recubrimiento que comprende un almidón soluble en agua fría y uno o más aglutinantes, espesantes y/o pigmentos, caracterizada porque dicho almidón soluble en agua fría se deriva de un almidón seleccionado del grupo que consiste en almidón de trigo, almidón de maíz y mezclas de los mismos, y tiene un DE (valor de equivalente de dextrosa) inferior a 5 y tiene:

- un peso molecular medio numérico (Mn) de 3.500 a 20.000 dalton;
- una estructura granular antes de la solubilización;
- una solubilidad a pH y 20 ºC (S1) de 30 a 90 %; y
- una solubilidad a pH 10 y 35 ºC (S2) que es al menos 10 % mayor que S1.

En un aspecto adicional de la presente invención, se proporciona una composición de recubrimiento de papel como se ha definido anteriormente.

En otro aspecto más de la presente invención, se proporciona un producto de papel recubierto con la composición de recubrimiento anterior.

En un aspecto final de la presente invención, se proporciona el uso de un almidón soluble en agua fría como se ha definido antes para la producción de una composición de recubrimiento.

Breve descripción de las figuras

Figura 1 - compara las propiedades de liberación de agua de una composición de precapa estándar y de una composición de la precapa de la presente invención.

Figura 2 - compara los niveles de brillo del papel de un producto de papel recubierto con una composición de precapa estándar y con una composición de la precapa de la presente invención.

Figura 3 - compara los niveles de brillo de impresión de un producto de papel recubierto con una composición de precapa estándar y con una composición de la precapa de la presente invención.

Figura 4 - compara las propiedades de repelado en seco (pick-dry) de un producto de papel recubierto con una composición de precapa estándar y con una composición de la precapa de la presente invención.

Figura 5 - compara las propiedades de liberación de agua de una composición de capa superior estándar y una composición de la capa superior de la presente invención.

Figura 6 - compara los niveles de brillo del papel de un producto de papel recubierto con una composición de capa superior estándar y con una composición de la capa superior de la presente invención.

Figura 7 - compara los niveles de brillo de impresión de un producto de papel recubierto con una composición de capa superior estándar y con una composición de la capa superior de la presente invención.

Figura 8 - compara los niveles de moteado de un producto de papel recubierto con una composición de capa superior estándar y con una composición de la capa superior de la presente invención.

Figura 9 - compara los niveles de agrietamiento del recubrimiento para un producto de papel recubierto con una composición de capa superior estándar y con una composición de la capa superior de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

Una composición de recubrimiento que comprende un almidón soluble en agua fría y uno o más aglutinantes, espesantes y/o pigmentos, caracterizada porque dicho almidón soluble en agua fría se deriva de un almidón seleccionado del grupo que consiste en almidón de trigo, almidón de maíz y mezclas de los mismos, y tiene un DE (valor de equivalente de dextrosa) inferior a 5 y tiene:

- un peso molecular medio numérico (Mn) de 3.500 a 20.000 dalton;
- una estructura granular antes de la solubilización;
- una solubilidad a pH y 20 ºC (S1) de 30 a 90 %; y
- una solubilidad a pH 10 y 35 ºC (S2) que es al menos 10 % mayor que S1.

El almidón soluble en agua fría se deriva de un almidón seleccionado del grupo que consiste en: almidón de maíz, almidón de trigo y sus mezclas.

La expresión "almidón modificado" como se usa en la presente memoria se refiere a un almidón cuya estructura ha sido alterada por tratamiento químico, enzimático o térmico. Por ejemplo, el sustrato de almidón se puede seleccionar entre almidones esterificados, eterificados, reticulados, oxidados o modificados con ácido o mezclas de dos o más de ellos. El almidón soluble en agua fría de la invención no se degrada fuertemente; en otras palabras, tiene un valor de equivalente de dextrosa (DE) inferior a 5, más preferiblemente inferior a 4, más preferiblemente inferior a 3, más preferiblemente inferior a 2 (en donde DE se mide utilizando el Método Schoorl) .

Antes de la solubilización, el almidón soluble en agua fría, CWSS, de la presente invención tendrá una estructura granular. Los gránulos de almidón nativo existen en muchas formas y tamaños. Por la influencia del calor y en presencia de agua, estos gránulos se hinchan y, eventualmente, se dispersan llevando a una solución coloidal. De este modo, el almidón soluble en agua fría de la presente invención tendrá preferiblemente, antes de la solubilización, una estructura granular similar a la de su correspondiente almidón nativo.

El almidón soluble en agua fría de la presente invención tiene un peso molecular medio numérico (Mn) de 3.500 a 20.000 dalton. Preferiblemente, estará entre 5.000 y 15.000 dalton.

El almidón soluble en agua fría tiene una solubilidad en agua fría (SI) de 30-90 %, preferiblemente de 45-90 %, más preferiblemente de 50-80 %. La solubilidad en agua fría se mide según el Método 1 expuesto más adelante y generalmente se refiere a la proporción de gránulos de almidón que se pueden hinchar en agua fría (es decir, a pH neutro y a temperatura ambiente), formando una dispersión viscosa y coloidal. Por lo tanto, los almidones solubles en agua fría se pueden denominar también almidones “hinchables en agua fría”. Como se ha mencionado antes, normalmente es deseable que los almidones usados en las composiciones de recubrimiento tengan niveles muy altos de solubilidad en agua fría. Por lo tanto, ha sido sorprendente encontrar que el almidón soluble en agua fría de la presente invención puede ser efectivo incluso en solubilidades tan bajas como del 30 %. Sin querer limitarse a la teoría, se cree realmente que, a pesar de ser solo ligeramente soluble en las condiciones estándar mencionadas en el Método 1, el almidón soluble en agua fría de la presente invención se dispersará y solubilizará completamente cuando se use en la preparación de una composición típica de recubrimiento industrial, es decir, a un pH de 8-10 y a una temperatura de 30-50 ºC. En cualquier caso, debe tener una solubilidad (S2) a pH 10/35 ºC (véase el Método 2) que sea al menos un 10 % mayor que (SI). Preferiblemente, tendrá una solubilidad (S2) de al menos 50 %. Incluso más preferiblemente, tendrá una solubilidad (S2) de al menos 70 %.

Las composiciones de recubrimiento se usan típicamente para mejorar el tacto, el aspecto y/o la funcionalidad de un sustrato. Cuando se usa en relación con la presente invención, el término "composición de recubrimiento" se referirá a cualquier solución o dispersión acuosa adecuada para tal uso, y a las mezclas secas utilizadas en su preparación. En el caso de una solución o dispersión acuosa, idealmente debe contener 30-75 % de sustancia seca en peso.

Preferiblemente, la composición de recubrimiento de la presente invención será una composición de recubrimiento de papel (conocida también como "color de recubrimiento"). Comprende ventajosamente al menos 50 % de sustancia seca en peso, más preferiblemente 50-80 %. La composición tendrá ventajosamente un pH de 7 a 12. Preferiblemente, el pH será de 8 a 10. Además del material de almidón definido anteriormente, contendrá adicionalmente uno o más pigmentos. También puede contener uno o más aglutinantes, uno o más espesantes y uno o más aditivos.

Ejemplos de pigmentos adecuados incluyen: arcillas tales como caolín pero también arcillas estructuradas y calcinadas, silicatos de aluminio hidratados, bentonita, carbonato de calcio natural y sintético, sulfato de calcio (yeso), sílices, sílices precipitadas, dióxido de titanio, alúmina, trihidrato de aluminio, pigmentos plásticos (poliestireno), blanco satinado, talco, sulfato de bario, óxido de zinc y mezclas de dos o más de ellos. El pigmento apropiado será seleccionado fácilmente por los expertos dependiendo del tipo de composición de recubrimiento a obtener.

La composición de la invención puede comprender: uno o más aglutinantes. De hecho, ellos pueden ser reemplazados, en su totalidad o en parte, por el almidón soluble en agua fría de la presente invención. El aglutinante se puede seleccionar - solo a modo de ejemplo - de aglutinantes a base de carbohidratos, incluidos los aglutinantes a base de almidón (tales como almidón oxidado o esterificado) y los aglutinantes de celulosa (tales como CMC e hidroxietilcelulosa), aglutinantes proteicos (tales como caseína, gelatina, proteína de soja y colas animales) y aglutinantes sintéticos, especialmente aglutinantes de látex (tales como estireno butadieno, acrilato de estireno, látex a base de polímero de vinilo y alcohol polivinílico) junto con mezclas de dos o más de los mismos.

La composición de la invención puede comprender espesantes adicionales. De nuevo, ellos pueden ser reemplazados, en su totalidad o en parte, por el almidón soluble en agua fría de la presente invención. Si se utilizan otros espesantes, no deberían representar más del 50 % del contenido total de espesante en base a peso seco. Ejemplos de espesantes adecuados incluyen éteres de celulosa (tales como CMC, hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa, etilhidroxietil celulosa y metil celulosa), alginatos (tales como alginato de sodio), xantano, carragenanos, galactomananos (tales como guar), almidones nativos o modificados (tales como almidón secado por rodillo), polímeros sintéticos (tales como poliacrilatos) y mezclas de dos o más de los mismos.

La composición de la invención puede comprender aditivos y si se usan, los aditivos pueden incluir: tensioactivos (por ejemplo, tensioactivos catiónicos, tensioactivos aniónicos, tensioactivos no iónicos, tensioactivos anfóteros y tensioactivos fluorados), endurecedores (por ejemplo, compuestos de halógeno activo, compuestos de vinilsulfona, compuestos epoxi, etc.), agentes dispersantes (por ejemplo, poliacrilatos, polifosfatos, policarboxilatos, etc.), mejoradores de fluidez, lubricantes (por ejemplo, estearato de calcio, de amonio y de zinc, cera o emulsiones de cera, dímero de alquilceteno, glicoles, etc.), antiespumantes (por ejemplo, alcohol octílico, antiespumantes a base de silicona, etc.), agentes de liberación, agentes espumantes, penetrantes, abrillantadores ópticos (por ejemplo, blanqueadores fluorescentes), conservantes (por ejemplo, compuestos de benzisotiazolona e isotiazolona), biocidas (por ejemplo, metaborato, tiocianato, benzonato de sodio, etc.), inhibidores de la coloración amarillenta (por ejemplo, hidroximetil sulfonato de sodio, p-toluenosulfonato de sodio, etc.), absorbentes de ultravioleta (por ejemplo, compuestos de benzotriazol que tienen un grupo hidroxi-dialquilfenilo en la posición 2), antioxidantes (por ejemplo, compuestos fenólicos con impedimento estérico), insolubilizantes, agentes antiestáticos, reguladores del pH (por ejemplo, hidróxido de sodio, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, etc.), agentes resistentes al agua (por ejemplo, resina cetónica, látex aniónico, glioxal, etc.), agentes de refuerzo húmedos y/o secos (por ejemplo, resinas basadas en

glioxal, polietilenos oxidados, resinas de melamina, urea formaldehído, etc.), agentes de reticulación, aditivos para extender tinta brillante.

Ejemplo 1: Pre-recubrimiento de papel fino por medio de una prensa de encolado calibrada

1) Preparación de materiales

	Precapa de referencia	Precapa de la invención
Carbonato de calcio molido grueso (partes)	100	100
Látex de estireno butadieno (partes)	6,5	5,5
Chrono HV 117[1] (partes)	-	3
C * Film TCF 07311 (partes)	7	5
Agente blanqueador fluorescente (partes)	0,5	0,5
Espesante de poliacrilato (partes)	0,3	0,1
Sólidos secos (%)	66,1	68,2

Almidón soluble en agua fría (CWSS) según la invención

	Capa intermedia estándar	Capa superior estándar
Carbonato de calcio molido (partes)	100	60
Arcilla de caolín (partes)	-	40
Látex de capa intermedia (partes)	5	-
Látex de capa superior (partes)	-	6,5
C * Film TCF 07311 (partes)	7	-
CMC (partes)	0,3	0,35
Agente blanqueador fluorescente (partes)	0,1	0,2
PVOH (partes)	-	1
Estearato de Ca (partes)	-	0,25
Sólidos secos (%)	69	68,5

Precapa de referencia: la pasta de almidón cocida a presión (130 ºC) se añadió caliente (> 80 ºC) a los pigmentos antes de la adición de látex y aditivos.

Látex 1 superior (partes)	4,5	4
Látex 2 superior (partes)	1	1
Chrono HV 170[1] (partes)	-	2
C * Film TCF 07311 (partes)	1	-
Agente blanqueador fluorescente (partes)	0,05	0,05
PVOH (partes)	0,3	0,3
Espesante de poliacrilato (partes)	0,5	-
Sólidos secos (%)	70,3	71,8

CWSS de acuerdo con la invención

Capa superior de referencia: la pasta de almidón cocida a presión (130 ºC) se añadió caliente (> 80 ºC) a los pigmentos antes de la adición del látex 1 y del látex 2. Después, se añadieron a la suspensión PVOH, FWA y espesante.

Capa superior de la invención: se mezcló Chrono HV 170 en condiciones de alta cizalladura durante 8 minutos en la mezcla de suspensión de pigmento/látex antes de la adición de PVOH y FWA.

2) Recubrimiento: 126 g/m^2 de papel utilizado como base recubierto con precapa y capa intermedia estándar. 10,5 g/m^2 por cada lado de peso de la capa superior (hoja rígida 0,508 mm, 1400 m/min). El papel se calandró a 200 m/min, 80 ºC y a una presión de contacto de 180 kN/m.

Los productos se analizaron utilizando métodos de ensayo estándar (el test de liberación de agua por AA-GWR, el test de brillo de papel a 75º mediante Lehmann, el test de brillo de impresión mediante Prüfbau, el test de moteado mediante Prüfbau y el agrietamiento del recubrimiento en el test de plegado). Los resultados de estos tests se muestran en las figuras 5 a 9. Como se puede ver, las composiciones de recubrimiento según la presente invención

conducen a una liberación reducida de agua, un brillo mejorado (tanto en el papel como en la impresión), menos moteado y agrietamiento reducido en el plegado.

Métodos

Método 1 - Solubilidad en agua fría (SI)

Determinar el porcentaje de sustancia seca (DS) de la muestra secando 5 g durante 4 horas a 120 ºC al vacío.

Precapa de la invención: se mezcló Chrono HV 117 en condiciones de alta cizalladura durante 8 minutos en la mezcla de suspensión de pigmento/película C* antes de la adición de látex, FWA y espesante sintético.

2) Recubrimiento: 84 g/m^2 de papel soporte con 10 g/m^2 por cada lado de precapa (MSP, 1000 m/min), seguido de las capas media y superior estándar (aplicador de chorro libre, 1400 m/min). El papel se calandró a 200 m/min, 80 ºC y a una presión de contacto de 180 kN / m.

Los productos se analizaron utilizando métodos de ensayo estándar (el test de liberación de agua por AA-GWR, el test de brillo de papel a 75º mediante Lehmann, el test de brillo de impresión mediante Prüfbau y el test de repelado en seco (pick-dry) por IGT). Los resultados de estos tests se muestran en las figuras 1 a 4. Como se puede ver, las composiciones de recubrimiento según la presente invención conducen a una liberación reducida de agua, un brillo mejorado (tanto en el papel como en la impresión) y mejores propiedades de *pick-dry*.

Ejemplo 2: Recubrimiento superior de papel fino con aplicador de chorro libre

1) Preparación de materiales

	Precapa estándar	Capa intermedia estándar
Carbonato de calcio molido grueso (partes)	100	65
Carbonato de calcio molido fino (partes)	-	35
Látex de la precapa (partes)	6,5	-
Látex de la capa intermedia (partes)	-	5
C * Film TCF 07311 (partes)	7	7
CMC (partes)	-	0,3
Agente blanqueador fluorescente (partes)	0,05	0,1
Espesante de poliacrilato (partes)	0,5	-
Sólidos secos (%)	66,5	69

	Capa superior de referencia	Capa superior de la invención
Carbonato de calcio molido fino (partes)	88	88
Arcilla de caolín (partes)	12	12
Látex 1 superior (partes)	4,5	4
Látex 2 superior (partes)	1	1
Chrono HV 170[1] (partes)	-	2
C * Film TCF 07311 (partes)	1	-
Agente blanqueador fluorescente (partes)	0,05	0,05
PVOH (partes)	0,3	0,3
Espesante de poliacrilato (partes)	0,5	-
Sólidos secos (%)	70,3	71,8

[1]Material amiláceo según la invención

Capa superior de referencia: la pasta de almidón cocida a presión (130 ºC) se añadió caliente (> 80 ºC) a los pigmentos antes de la adición del látex 1 y del látex 2. Después, se añadieron a la suspensión PVOH, FWA y espesante.

Capa superior de la invención: se mezcló Chrono HV 170 en condiciones de alta cizalladura durante 8 minutos en la mezcla de suspensión de pigmento/látex antes de la adición de PVOH y FWA.

2) Recubrimiento: 126 g/m^2 de papel utilizado como base recubierto con precapa y capa intermedia estándar. 10,5 g/m^2 por cada lado de peso de la capa superior (hoja rígida 0,508 mm, 1400 m/min). El papel se calandró a 200 m/min, 80 ºC y a una presión de contacto de 180 kN/m.

Los productos se analizaron utilizando métodos de ensayo estándar (el test de liberación de agua por AA-GWR, el test de brillo de papel a 75º mediante Lehmann, el test de brillo de impresión mediante Prüfbau, el test de moteado mediante Prüfbau y el agrietamiento del recubrimiento en el test de plegado). Los resultados de estos tests se muestran en las figuras 5 a 9. Como se puede ver, las composiciones de recubrimiento según la presente invención conducen a una liberación reducida de agua, un brillo mejorado (tanto en el papel como en la impresión), menos moteado y agrietamiento reducido en el plegado.

Métodos

Método 1 - Solubilidad en agua fría (S1)

Determinar el porcentaje de sustancia seca (DS) de la muestra secando 5 g durante 4 horas a 120 ºC al vacío.

Pesar 2 g de muestra y transferirlos a un matraz Kohlrausch seco de 200 mL. Llenar parcialmente con agua a 25 ºC. Agitar vigorosamente hasta que esté completamente en suspensión y diluir a volumen. Tapar el matraz y agitar suavemente mientras se sumerge en un baño de agua a 25 ºC durante un tiempo total de agitación de 1 hora.

Filtrar a través de un papel Whatman No. 2V, volviendo a pasar la primera porción de filtrado. Medir 50 mL de filtrado y transferirlo a una cápsula de evaporación pesada.

Evaporar a sequedad en un baño de vapor y secar en una estufa de vacío durante 1 hora a 100 ºC. Enfriar en un desecador y pesar hasta el mg más próximo.

DS , % = 100 – [(pérdida de peso, g × 100)/(peso de la muestra, g)]

Solubles , % = (peso del residuo, g × 100)/[0,25 × peso de la muestra, g × DS , %/100)]

Método 2 - Solubilidad del color del recubrimiento (S2)

Determinar el porcentaje de sustancia seca (DS) de la muestra secando 5 g durante 4 horas a 120 ºC al vacío.

Pesar 2 g de muestra y transferirlos a un matraz Kohlrausch seco de 200 mL. Llenar parcialmente con agua a 35 ºC. Ajustar el pH con NaOH 0,1 N hasta alcanzar un valor de pH de 10,0. Agitar vigorosamente hasta que esté completamente en suspensión y diluir a volumen. Tapar el matraz y agitar suavemente mientras se sumerge en un baño de agua a 35 ºC durante un tiempo total de agitación de 1 hora.

Filtrar a través de un papel Whatman No. 2V, volviendo a pasar la primera porción de filtrado. Medir 50 mL de filtrado y transferirlo a una cápsula de evaporación pesada.

Evaporar a sequedad en un baño de vapor y secar en una estufa de vacío durante 1 hora a 100 ºC. Enfriar en un desecador y pesar hasta el mg más próximo.

DS , % = 100 – [(pérdida de peso, g × 100)/(peso de la muestra, g)]

Solubles , % = (peso del residuo, g × 100)/[0,25 × peso de la muestra, g × DS , %/100)]

Método 3 - Ensayo de liberación de agua por AA-GWR

- Aparato ÅA - GWR WRV
- Inyección (10 mL)
- Termómetro
- Papel de filtro (cinta azul)
- Filtro Millipore (tamaño de poro 5 µm)
- Color de recubrimiento
- Cronómetro
- Balanza (sensibilidad: 0,001 g)

Ambas palancas de control, "Presión" y "Cilindro", deben estar en la posición "off" (hacia abajo). Se deben pesar al menos tres papeles de filtro y registrar la cifra (peso 1). Los filtros se colocan sobre la placa de goma y se coloca entonces el filtro Millipore sobre los papeles de filtro con el lado brillante hacia arriba. Después, se coloca el cilindro sobre la placa con el tope hacia arriba. Toda la composición se coloca sobre la placa de metal y se levanta conectando la palanca del "Cilindro".

La muestra se templa a 30 ºC y se introducen 10 mL del color de recubrimiento en el cilindro con una jeringa. La goma debe estar libre de color de recubrimiento para evitar fugas. El dispositivo se tiene que cerrar con el enchufe y la presión se conecta con la palanca de "Presión" y se ajusta a 1 bar. Al mismo tiempo, se pone en marcha el cronómetro. Después de dos minutos, la presión se detiene y el cilindro baja. Toda la composición - placa, filtros, cilindro - se retira y se gira sobre un lavabo y se coge y se pesa el papel de filtro. Esto da el peso 2. La retención de agua se calcula como sigue: WRV [g/m^2] = (peso 2 - peso 1) * 1250

Método 4 – Test de brillo de papel a 75º mediante Lehmann

Este test se realiza según el método Tappi T480 om-92.

Método 5: Test de brillo de impresión mediante Prüfbau

Aparato: aparato Prüfbau

Tinta de impresión: Lorilleux Rouge, Brilliant Standard 3810 (rojo)

Cantidad de tinta: 0,200 cm^3 para papeles estucados, 0,250 cm^3 para papeles no estucados;

Tiempo de distribución de la tinta: 60 s

Tiempo de entintado: 30 s

Número de impresiones por entintado: 3

Reentintado: ninguno

Presión: 800 N

Velocidad: 1 m/s (constante)

Disco de impresión: goma 4 cm

Unidad de peso: +/- 0,1 mg

Tamaño de la tira de ensayo: ancho: 4,7 cm; longitud: 25 cm

La cantidad exacta de tinta sobre la superficie del papel se debe determinar en [mg] o [g] utilizando una balanza analítica (con precisión de +/- 0,1 mg o +/- 0,0001 g). La cantidad de tinta aplicada se puede calcular pesando el disco de impresión entintado antes y después de la impresión.

Peso de la capa en [g/m^2] = Peso de la capa en mg dividido por 8 o peso de la capa en g multiplicado por 125 (área impresa = 800 cm^2)

Se deben imprimir 3 tiras en cada lado. Después de secar los papeles impresos en una habitación acondicionada (23 ºC/50 %) durante 24 horas, se debe determinar el brillo de impresión con el medidor de brillo Gardner o Lehmann (10 medidas en cada tira). El brillo de impresión se debe calcular para un peso de recubrimiento de 1,2 g/m^2 para papeles recubiertos y 1,5 g/m^2 para papeles no recubiertos utilizando el análisis de regresión (ya sea con calculadora o con Nomo-diagrama).

Método 6 - Test de repelado en seco (pick-dry) mediante IGT

El test de repelado en seco se usa para determinar la resistencia de la superficie de los papeles y tableros recubiertos y no recubiertos. El repelado es un daño en la superficie causado por la fuerza de adhesión de la tinta de impresión durante el proceso de impresión. La fuerza de adhesión sobre la superficie se hace más alta a velocidades de impresión más altas y con tintas que ejercen una pegajosidad más alta. La presión de impresión y el espesor de la capa de tinta también influyen en el repelado.

Aparato de ensayo: aparato IGT AIC2-5

Tinta de ensayo: Lorilleux 3800-3806 dependiendo de la calidad del papel, también están disponibles los aceites de repelado IGT con viscosidades baja, media y alta.

Cantidad de tinta: 1,34 cm^3 en el cilindro de entintado izquierdo y 0,94 cm^3 en el cilindro de entintado derecho. Se pueden realizar 38 etapas de entintado. 1 reentintado con 0,63 cm^3 en el cilindro izquierdo: se pueden realizar las siguientes 38 etapas de entintado. Después de 1 reentintado, los cilindros de entintado se deben lavar y empezar de nuevo.

Tiempo de distribución de la tinta: 2 x 60 s (re-entintado 2 x 45 s)

Tiempo de entintado: 30 s en cada cilindro de entintado

Presión: 350 N/cm

Velocidad de la impresora: velocidad acelerada dependiendo de la resistencia de la superficie del papel

Disco de impresión: aluminio 1 cm

Mantilla: papel

Tamaño de la tira de ensayo: 2 cm x 30 cm

El disco de impresión se entinta según el procedimiento IGT en las condiciones mencionadas anteriormente. Se imprimen al menos 3 tiras de cada muestra y cada lado. Solamente se observa el comienzo claro visible del despelado. El resultado del despelado se calcula por medio del IGT-Nomogram.

Viscosidades de tintas de ensayo para despelado en seco con IGT:

Tipo de tinta:	Viscosidad a 23 ºC
	Pa.s
H-aceite	110
N-aceite	52
L-aceite	17,5
Lorilleux 3802	16
Lorilleux 3803	26
Lorilleux 3804	35
Lorilleux 3805	40
Lorilleux 3806	50

Método 7: Test de moteado mediante Prüfbau

El moteado es la irregularidad de la impresión del papel o cartón debida a la distribución irregular de la tinta. Ocurre en la máquina offset de múltiples colores por diferente distribución de la película sobre las sucesivas mantillas de goma y generalmente después de la primera y la segunda impresión. El test de moteado simula el proceso de impresión en la máquina de impresión de laboratorio en condiciones constantes y se evalúa visualmente después de la impresión de ensayo.

Aparato: aparato Prüfbau

Tinta de impresión: tinta azul tipo 520068 de M. Huber/Munich

Cantidad de tinta: 0,25 cm^3

Tiempo para la distribución de la tinta: 60 s

Tiempo de entintado: 30 s

Re-entintado: ninguno

Tipo de disco: goma 4 cm para 1 impresión; Goma 4 cm para 3 contraimpresiones;

Presión: 800 N para el disco de impresión; 800 N para 3 contraimpresiones;

Velocidad: 0,5 m/s (constante)

Intervalo de tiempo para las 3 contraimpresiones: 1 s

Tamaño de la tira de ensayo: ancho: 4,7 cm; longitud: 25 cm

Número de tests: 1 tira para cada lado

La tira de ensayo se debe imprimir en las condiciones mencionadas anteriormente. Después de la impresión, se deben realizar tres contraimpresiones con el disco no entintado. La tira impresa se evalúa con un sistema de análisis de imágenes a través de escáner.

La imagen de la tira de papel se mide a través de un escáner en siete fases de resolución diferentes. Cuanto mayor es el valor calculado, más fuertemente pronunciado es el moteado en esta fase.

Método 8 –Agrietamiento del recubrimiento en el test de plegado

Tinta de ensayo: Lorilleux Rouge Brilliant Standard 3810 (magenta)

Cantidad de tinta: 0,200 cm^3

Tiempo para distribución de la tinta: 60 s

Tiempo de entintado: 30 s

Presión: 800 N

Velocidad: 1 m/s (constante)

Disco de impresión: goma 4 cm

Balanza: con precisión de 0,1 mg

Tamaño de la tira de ensayo: ancho: 4,7 cm; longitud: 25 cm en la dirección de la máquina

La cantidad exacta de tinta en la superficie del papel se debe determinar en [mg] o [g] utilizando una balanza analítica (con precisión de +/- 0,1 mg o +/- 0,0001 g). La cantidad de tinta aplicada se puede calcular pesando el disco de impresión entintado antes y después de la impresión. Peso del recubrimiento en [g/m^2] = Peso del recubrimiento en mg dividido por 8 o peso del recubrimiento en g multiplicado por 125 (área impresa = 800 cm^2).

Para cada ensayo, se imprimen 5 tiras en la dirección de la máquina. Después de acondicionar los papeles impresos (23 ºC/50 %) durante 24 horas, cada tira se coloca por separado en una estufa durante 15 segundos a 120 ºC. Con el lado de la impresión para fuera, se pre-dobla el papel ligeramente y se fija en la matriz de goma Prüfbau.

Inmediatamente después, se dobla el papel en el aparato de Prüfbau. Las 5 tiras se clasifican y se consideran como un paquete.

Presión de plegado: 1600 N

Disco de plegado (impresión): aluminio 4 cm

Velocidad: 0,5 m/s (constante)

REIVINDICACIONES

1. Una composición de recubrimiento que comprende un almidón soluble en agua fría y uno o más aglutinantes, espesantes y/o pigmentos, caracterizada porque dicho almidón soluble en agua fría se deriva de un almidón seleccionado del grupo que consiste en almidón de trigo, almidón de maíz y mezclas de los mismos, y tiene un DE inferior a 5 y tiene:

- un peso molecular medio numérico (Mn) de 3.500 a 20.000 dalton;
- una estructura granular antes de la solubilización;
- una solubilidad a pH 7 y 20 ºC (S1) de 30 a 90 %; y
- una solubilidad a pH 10 y 35 ºC (S2) que es al menos 10 % mayor que S1.

2. La composición de la reivindicación 1, en donde S2 es mayor que 50 %.

3. La composición de la reivindicación 1, en donde S2 es mayor que 70 %.

4. La composición de la reivindicación 1, en donde el aglutinante se selecciona del grupo que consiste en: estireno butadieno, acrilato de estireno, látex a base de polímero de vinilo, alcohol polivinílico, almidones modificados y mezclas de dos o más de los mismos.

5. La composición de la reivindicación 1, en donde el espesante se selecciona del grupo que consiste en: éteres de celulosa, hidrocoloides, almidones nativos o modificados, polímeros sintéticos y mezclas de dos o más de los mismos.

6. La composición de la reivindicación 1, en donde el pigmento se selecciona del grupo que consiste en: carbonatos de calcio, caolín, talco, dióxido de titanio, yeso, pigmentos de ingeniería, bentonita y mezclas de dos o más de los mismos.

7. La composición de la reivindicación 1, que comprende además uno o más aditivos.

8. La composición de la reivindicación 7, en donde el uno o más aditivos se seleccionan del grupo que consiste en: agentes dispersantes, agentes blanqueadores, espesantes, modificadores de la reología, agentes de reticulación y biocidas.

9. La composición de la reivindicación 1, en donde el pH de dicha composición es de 7 a 12.

10. La composición de la reivindicación 9, en donde el pH de dicha composición es de 8 a 10.

11. Una composición de recubrimiento de papel según la reivindicación 1.

12. La composición de recubrimiento de papel de la reivindicación 11, que comprende al menos 50 % de sustancia seca en peso.

13. La composición de recubrimiento de papel de la reivindicación 11, que comprende 50-80 % de sustancia seca en peso.

14. La composición de recubrimiento de papel de la reivindicación 11, que comprende 4-10 % de almidón soluble en agua fría expresado en peso de sustancia seca.

15. Un producto de papel recubierto con la composición de recubrimiento de la reivindicación 1.

16. El uso de un almidón soluble en agua fría para la preparación de una composición de recubrimiento, caracterizada porque dicho almidón soluble en agua fría se deriva de un almidón seleccionado del grupo que consiste en almidón de trigo, almidón de maíz y mezclas de los mismos, y tiene un DE inferior a 5 y tiene:

- un peso molecular medio numérico (Mn) de 3.500 a 20.000 dalton;
- una estructura granular antes de la solubilización;
- una solubilidad a pH 7 y 20 ºC (S1) de 30 a 90 %; y
- una solubilidad a pH 10 y 35 ºC (S2) que es al menos 10 % mayor que S1.

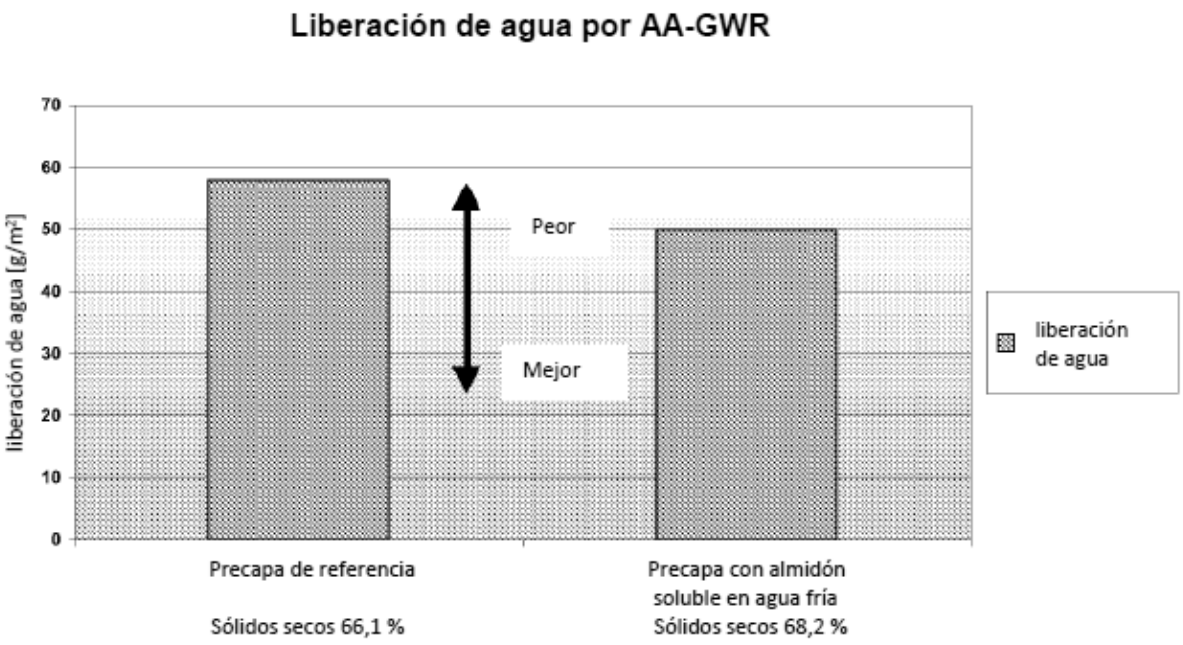
Liberación de agua por AA-GWR
liberación de agua [g/m²]
70
60
50
40
30
20
10
0
Peor
Mejor
liberación de agua
Precapa de referencia
Sólidos secos 66,1 %
Precapa con almidón soluble en agua fría
Sólidos secos 68,2 %

FIGURA 1

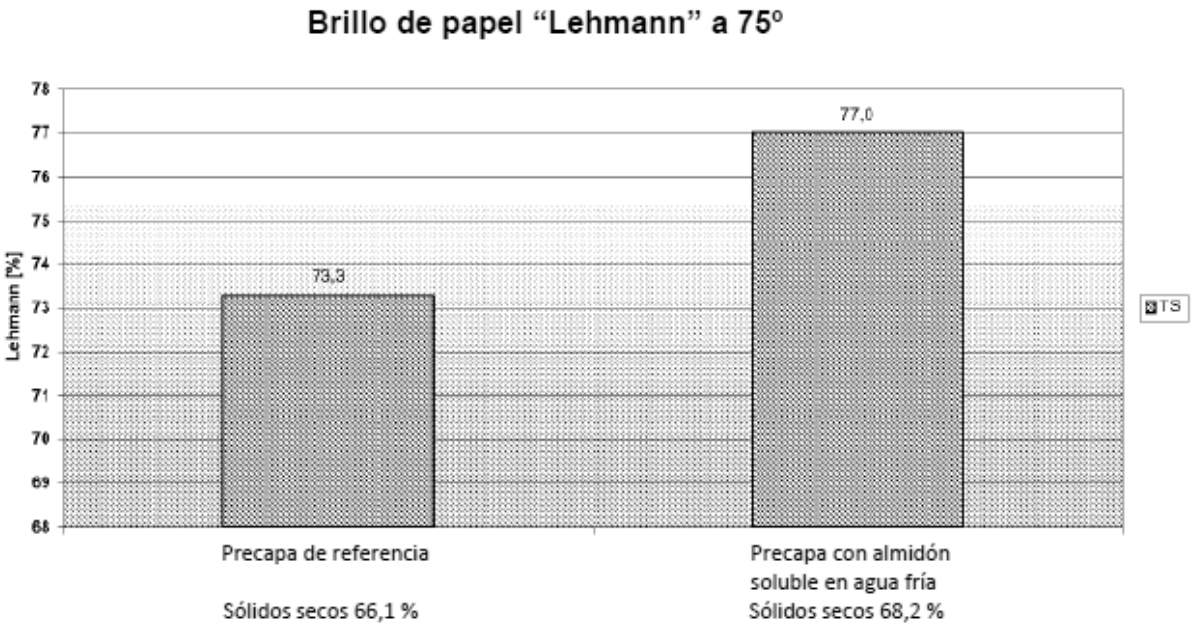
Brillo de papel "Lehmann" a 75º
Lehmann [%]
78
77
76
75
74
73
72
71
70
69
68
73,3
77,0
TS
Precapa de referencia
Sólidos secos 66,1 %
Precapa con almidón soluble en agua fría
Sólidos secos 68,2 %

FIGURA 2

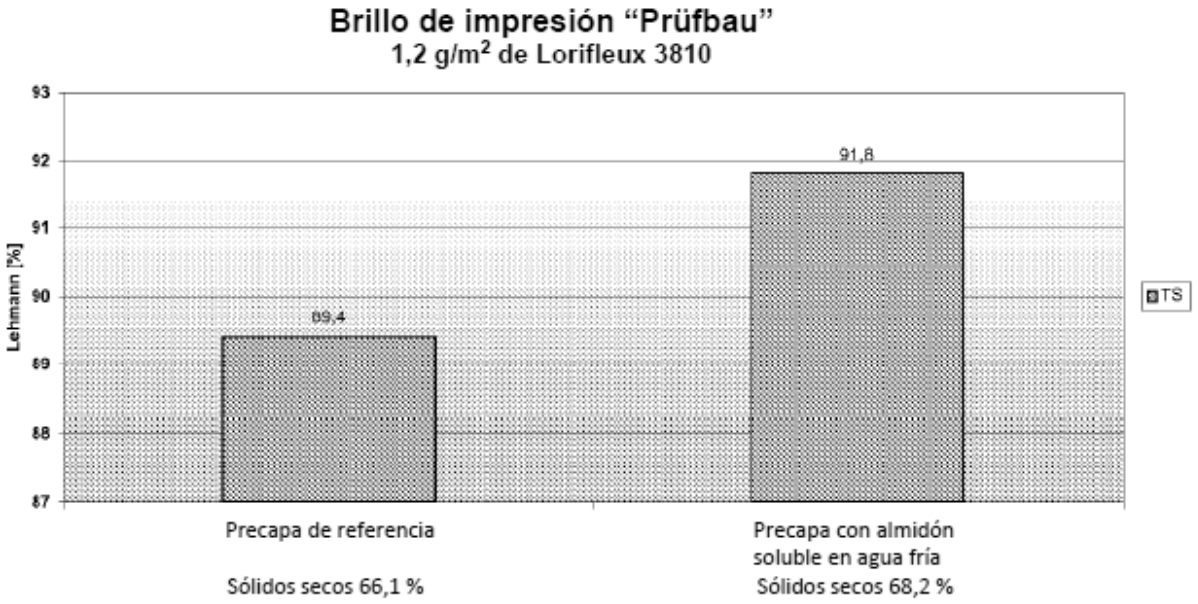
Brillo de impresión "Prüfbau"
1,2 g/m² de Lorifleux 3810
Lehmann [%]
93
92
91
90
89
88
87
89,4
91,8
TS
Precapa de referencia
Sólidos secos 66,1 %
Precapa con almidón soluble en agua fría
Sólidos secos 68,2 %

FIGURA 3

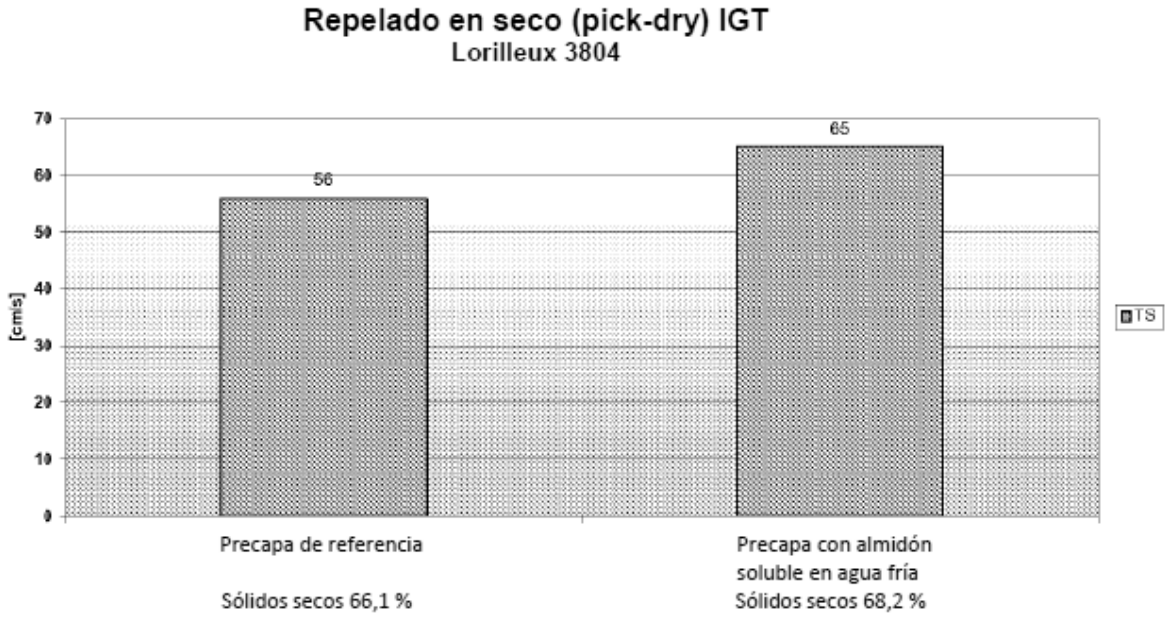
Repelado en seco (pick-dry) IGT
Lorilleux 3804
[cm/s]
70
60
50
40
30
20
10
0
56
65
TS
Precapa de referencia
Sólidos secos 66,1 %
Precapa con almidón soluble en agua fría
Sólidos secos 68,2 %

FIGURA 4

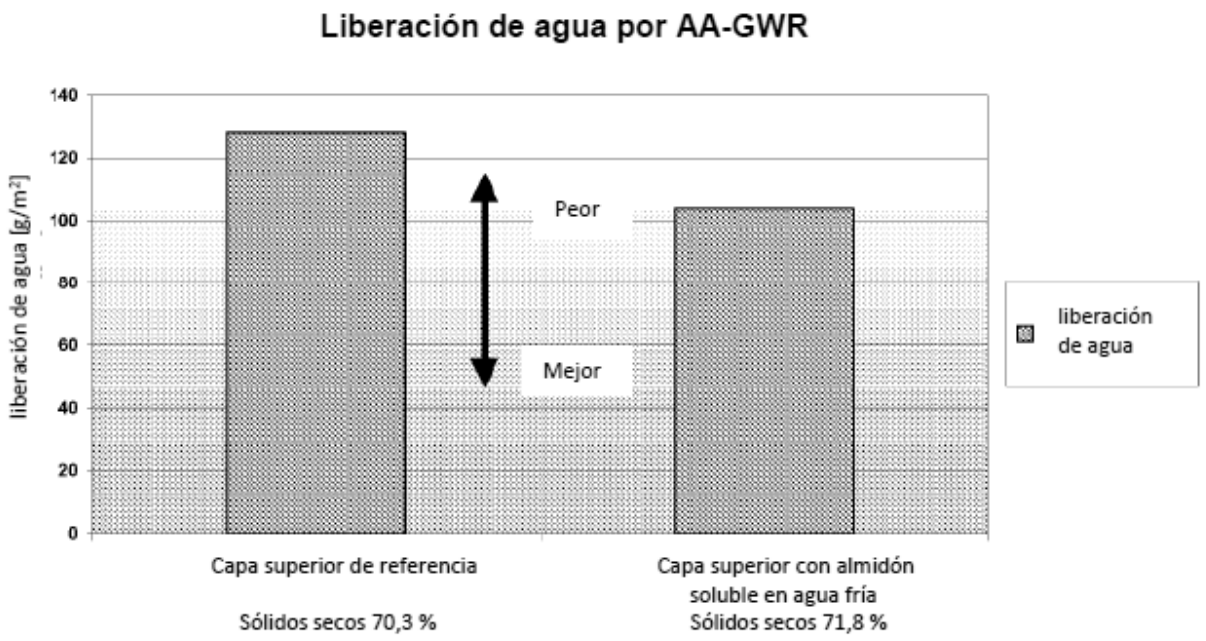
Liberación de agua por AA-GWR
liberación de agua [g/m²]
140
120
100
80
60
40
20
0
Peor
Mejor
liberación de agua
Capa superior de referencia
Sólidos secos 70,3 %
Capa superior con almidón soluble en agua fría
Sólidos secos 71,8 %

FIGURA 5

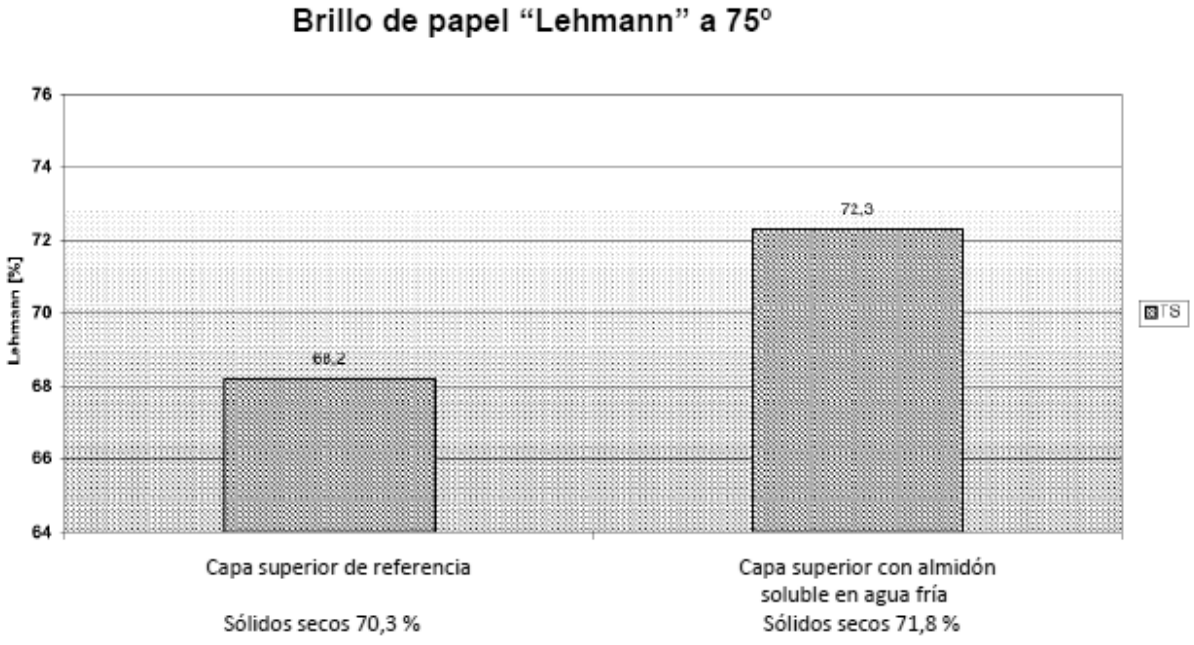
Brillo de papel "Lehmann" a 75º
Lehmann [%]
76
74
72
70
68
66
64
68,2
72,3
TS
Capa superior de referencia
Sólidos secos 70,3 %
Capa superior con almidón soluble en agua fría
Sólidos secos 71,8 %

FIGURA 6

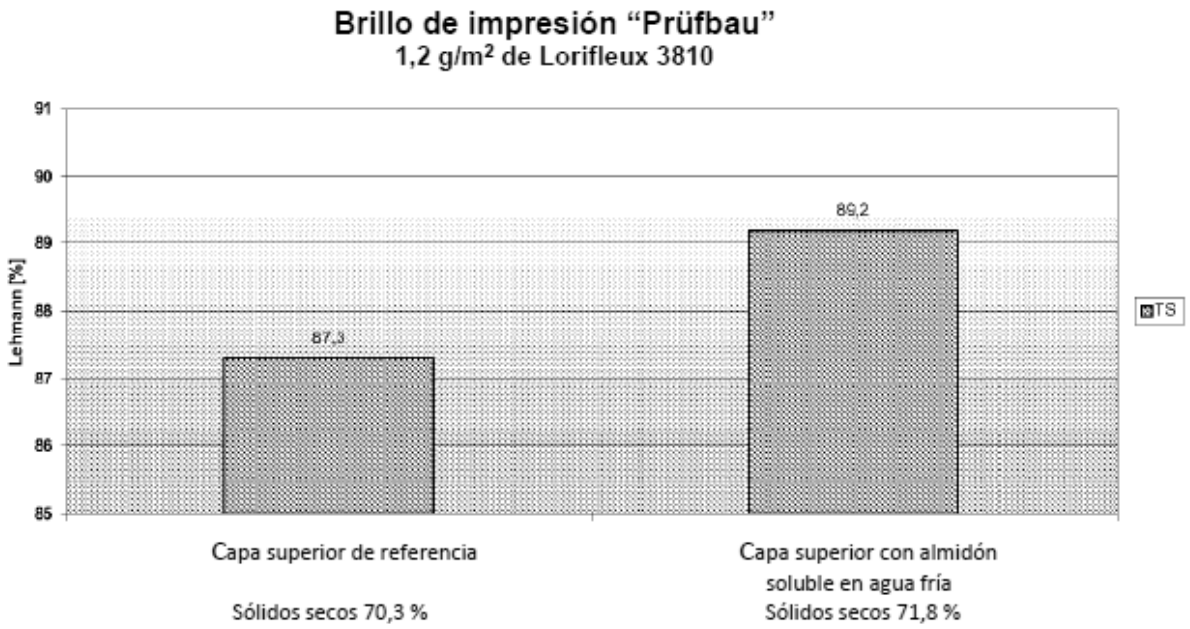
Brillo de impresión "Prüfbau"
1,2 g/m² de Lorifleux 3810
Lehmann [%]
91
90
89
88
87
86
85
87,3
89,2
TS
Capa superior de referencia
Sólidos secos 70,3 %
Capa superior con almidón soluble en agua fría
Sólidos secos 71,8 %

FIGURA 7

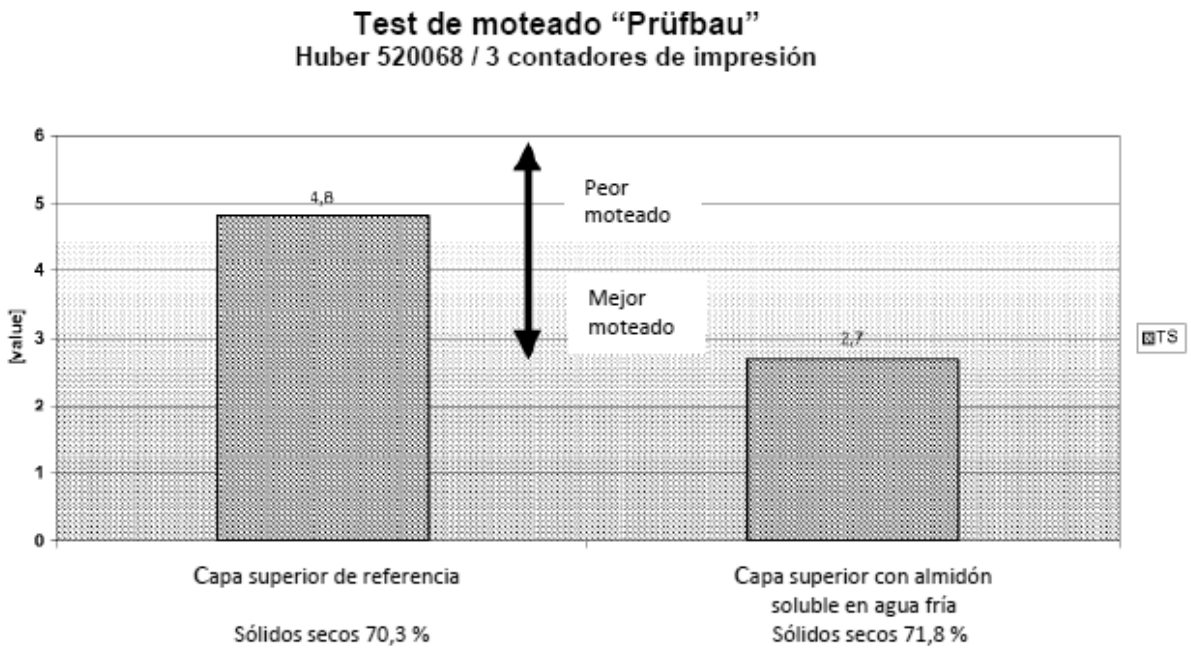
Test de moteado "Prüfbau"
Huber 520068 / 3 contadores de impresión
[value]
6
5
4
3
2
1
0
4,8
2,7
Peor moteado
Mejor moteado
TS
Capa superior de referencia
Sólidos secos 70,3 %
Capa superior con almidón soluble en agua fría
Sólidos secos 71,8 %

FIGURA 8

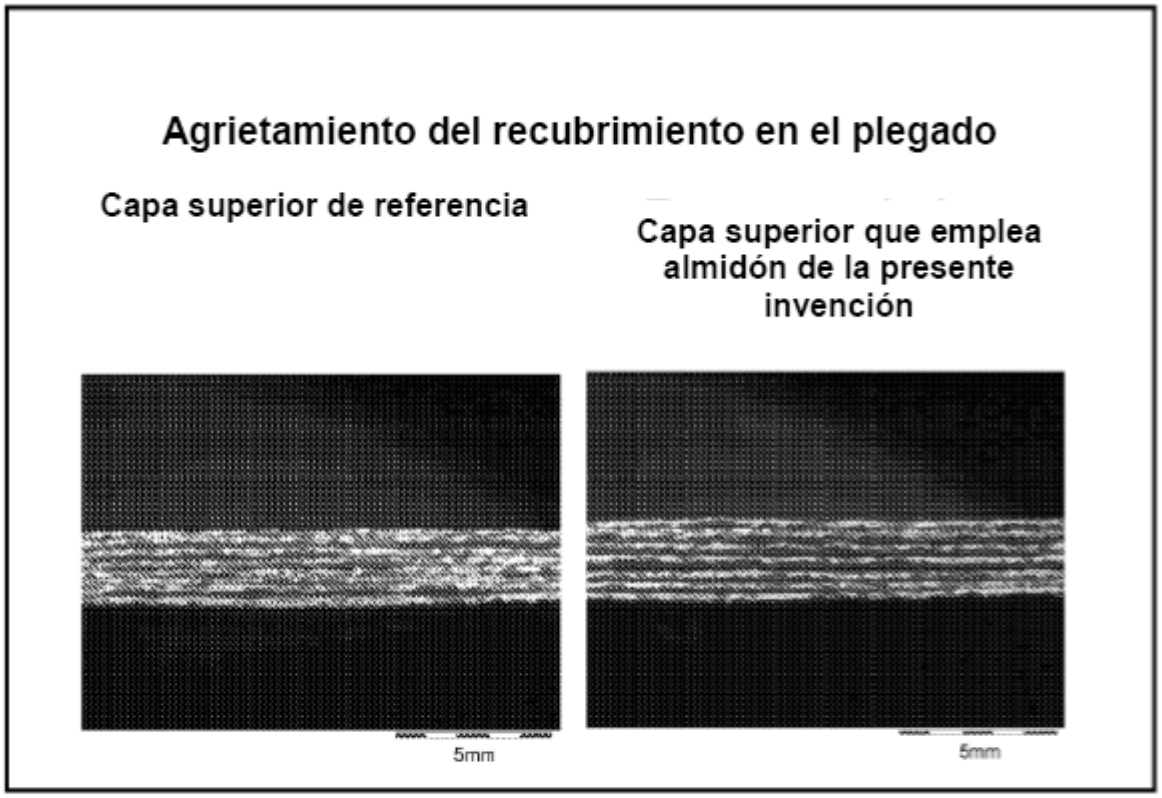
Agrietamiento del recubrimiento en el plegado
Capa superior de referencia
Capa superior que emplea almidón de la presente invención
5mm
5mm

FIGURA 9