



(12) **PATENT**

(19) **NO**

(11) **334683**

(13) **B1**

NORGE

(51) **Int Cl.**

D21H 19/38 (2006.01)

D21H 19/40 (2006.01)

Patentstyret

(21)	Søknadsnr	20045316	(86)	Int.inng.dag og søknadsnr	2003.01.29 PCT/US2003/01064
(22)	Inng.dag	2004.12.03	(85)	Videreføringsdag	2004.12.03
(24)	Løpedag	2003.01.29	(30)	Prioritet	2002.05.03, US, 377270
(41)	Alm.tilgj	2005.02.03			
(45)	Meddelt	2014.05.12			
(73)	Innehaver	Imerys Minerals Ltd, Par Moor Centre, Par Moor Road, GB-PL242SQ CORNWALL, PAR, Storbritannia John Claude Husband, 43 Rurnavean Road, GB-PL255NX ST. AUSTELL, CORNWALL, Storbritannia Christopher Nutbeen, 8 Grove Road, GB-PL255NP ST. AUSTELL, CORNWALL, Storbritannia David O Cummings, Hamburg Road, US-GA31094 WARTHEN, USA Dave R Skuse, 178 Walden Road, US-GA31082 SANDERSVILLE, USA			
(72)	Oppfinner				
(74)	Fullmektig	Oslo Patentkontor AS, Postboks 7007 Majorstua, 0306 OSLO, Norge			

(54)	Benevnelse	Pigmentsammensetning, bstrykningssammensetning og fremgangsmåte for å fremstille en bstrykningssammensetning og et bestrøket papir, og selve papiret.			
(56)	Anførte publikasjoner	WO 0066509 A1 EP 0768344 A2 JP 5148796 A EP 0949201 A1			
(57)	Sammendrag				

Bestrykningssammensetning for papir og andre substrater, spesielt mekaniske papirer slik som lettvektbestrøket (LWC)-papir, omfatter en vandig suspensjon av et partikulært pigment sammen med et bindemiddel, hvori det partikulære pigmentet omfatter: (a) en første komponent som er et utfelt kalsiumkarbonat bestående hovedsakelig av aragonitt eller romboedriske partikkelformer av aragonitt og romboedriske partikkelformer i et vektforhold på mellom omtrent 40:60 og omtrent 60:40 (for eksempel omtrent 50:50) aragonitt:romboedrisk, og en andre komponent som er en behandlet partikulær vandig kaolinleire med en formfaktor større enn eller lik omtrent 25 og en steilhet større enn eller lik 20; eller (b) en første komponent som er et fint partikulært kalsiumkarbonat bestående hovedsakelig av partikler med en generell sfærisk partikkelform, og en andre komponent som er en behandlet partikulær vandig kaolinleire med en formfaktor større enn eller lik omtrent 45 og en gjennomsnittlig ekvivalent partikkeldiameter (d50) mindre enn omtrent 0,5 µm; eller (c) en første komponent som er et utfelt kalsiumkarbonat bestående hovedsakelig av aragonitt og romboedriske partikkelformer i et vektforhold mellom 40:60 og omtrent 60:40 (for eksempel omtrent 50:50) aragonitt:romboedrisk, og en andre komponent som er en behandlet partikulær vandig kaolinleire med en formfaktor mindre enn omtrent 25.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en pigmentsammensetning, en bestryknings-sammensetning omfattende en behandlet partikulær kaolinleire og partikulært kalsiumkarbonat, en fremgangsmåte for å fremstille en bestrykningssammen-
5 setning og et bestrøket papir, og selve papiret anvendende bestryknings-sammensetningen. I denne beskrivelsen omfatter uttrykket "papir", papir, papp, kartong, papirpapp og lignende.

Bakgrunn for oppfinnelsen

Bestrøket papir anvendes for et stort område produkter inkludert pakking, kunst-papir, brosjyrer, kataloger og flygeblad. Slikt bestrøket papir er nødvendig for å gi
10 en rekke egenskaper inkludert lyshet, opasitet og arkglans, samt trykke-egenskaper.

Bestrykningssammensetninger fremstilles vanligvis ved å danne en fluidvandig suspensjon av partikulært pigmentmateriale sammen med et bindemiddel og andre valgfrie ingredienser. Lettbestrøket, eller LWC-papir er vanligvis bestrøket til en
15 bestrykningsvekt på fra omtrent 5 g/m² til omtrent 13 g/m² på hver side, og den totale flatevekten, eller vekt per enhet av det bestrøkte papiret er vanligvis i området fra omtrent 49 g/m² til omtrent 65 g/m². Bestrykningen kan egnet påføres ved hjelp av en bestrykningsmaskin inkludert et kort hviletid-bestrykningshode, som er en anordning i hvilken en oppfangingsdam av bestrykningssammensetning
20 under svakt forhøyet trykk holdes i kontakt med en bevegelig papirbane i et tidsrom i området fra 0,0004 sekunder til 0,01 sekunder, før overskudd av bestrykningssammensetning fjernes ved hjelp av et slepende blad. Derimot, kan andre typer bestrykningsapparater også anvendes for fremstille lettvekt bestrøket papir. LWC anvendes vanligvis for å trykke magasiner, kataloger og reklame eller
25 promosejonsmateriale. Det bestrøkte papiret må møte visse standarder for overflateglans og jevnhet. For eksempel må papiret vanligvis ha en glansverdi på minst 32, og opptil 70 TAPPI-enheter, og en Parker Print Surf-verdi i området fra omtrent 0,5 µm til omtrent 1,6 µm.

Ultralettvekt bestrøket, eller ULWC-papir (ellers kjent som lett lettvektbestrøket, eller LLWC-papir) anvendes for kataloger og for reklame og promosejonsmateriale
30 sendt i posten for å redusere postutgifter. Bestrykningsvekten er vanligvis i området fra 5 g/m² til 7 g/m² per side. Flatevekten er vanligvis i området fra omtrent 35 g/m² til omtrent 48 g/m².

Et meget viktig hvitt uorganisk pigment for anvendelse i å fremstille
 bestrykningssammensetninger for fremstillingen av LWC- og ULWC-papirer er
 behandlet partikulær kaolinleire. Store forekomster av kaolinleire eksisterer i Devon
 og Cornwall, England og i statene Georgia og Sør Carolina, Forente Amerikanske
 5 Stater. Viktige forekomster forekommer også i Brazil, Australia og i flere andre
 land. Kaolinleire består hovedsakelig av mineralet kaolinit sammen med små
 andeler av forskjellige urenheter. Kaolinit eksisterer i formen av vannholdige
 aluminosilikatkrystaller i formen av tynne heksagonale plater, men disse platene
 har tendens til å feste seg sammen flate-mot-flate for danne stabler. De
 10 individuelle platene kan ha en gjennomsnittlig diameter på 1 μm eller mindre, men
 kaolinitpartikler i formen av stabler av plater kan ha en ekvivalent sfærisk
 diameter (esd) på opptil 10 μm eller mer. Generelt sett er kaolinleirepartikler som
 har en esd på 2 μm eller mer i formen av stabler av kaolinitplater, i stedet for
 individuelle plater.

15 WO-A-99/51815 beskriver et papirbestrykningspigment omfattende en behandlet
 partikulær kaolinleire hvis partikler (i) har en partikkelstørrelse slik at minst 80% i
 vekt av partiklene har en esd på mindre enn 2 μm og ikke mindre enn 8% i vekt av
 partiklene har en esd mindre enn 0,25 og (ii) har en formfaktor på minst 45.

Det er kjent å erstatte deler av den behandlede kaolinleiren i et bestryknings-
 20 pigment med partikulært kalsiumkarbonat.

Partikulær kalsiumkarbonat kan oppnås fra naturlige kilder eller kan tilvirkes
 syntetisk. Tilvirket kalsiumkarbonat oppnås vanligvis ved utfelling fra vandig
 løsning. Utfelt kalsiumkarbonat (PCC) oppnås i tre forskjellige grunnleggende
 krystallformer: vaterittform, som er termodynamisk ustabil, kalsittform som er den
 25 mest stabile og som også er den mest forekommende naturlige krystallinske
 formen, og aragonittformen som er metastabil under normale omgivende
 betingelser for temperatur og trykk, men konverterer til kalsitt ved høyere
 temperaturer.

Aragonittform krystalliserer typisk som lange, tynne nåler (acikulær form) med et
 30 typisk lengde:diameter-forhold på omtrent 10:1, men kalsittformen eksisterer i
 flere forskjellige former av hvilke de mest vanlig funnet er: romboedrisk form, i
 hvilke lengden og diameteren av krystallene er omtrent like og krystallene enten
 kan være aggregert eller uaggregert; og scalenodedralformen, i hvilke krystallene
 er som doble, to-toppede pyramider med et typisk lengde:diameterforhold på

omtrent 4:1, og som vanligvis er aggregert. Alle disse formene av kalsiumkarbonat kan fremstilles ved karbonering av et vandig kalkholdig medium ved egnet variasjon av prosessbetingelser.

5 Kalsiumkarbonat kan males for å oppnå partikulært malt kalsiumkarbonat (GCC), ved fremgangsmåter som er velkjente i teknikken. GCC-partikler har en generell sfærisk form.

Blandinger av kaolinleire og aragonitt PCC for anvendelse i papirbetrykning er kjent i teknikken. På det tidlige 60-tallet utførte Hagemeyer arbeid på forskjellige pigmentblandinger inkludert kaolin/aragonittblandinger (TAPPI), mars 1960, Vol. 10 43, Nr. 3, sider 277-288; og TAPPI, februar 1964, Vol. 47, Nr. 2, sider 75-77). Crawshaw et al, 1982 TAPPI Coating Conference Proceedings 143-164 (1982) beskriver effekten av PCC form på visse egenskaper av kaolin-PCC papirbetrykningsblandinger. US patent nr. 5833747 (Bleakley et al.) beskriver også forskjellige kaolinleire-/aragonittblandinger i hvilke aragonitt lages ved en 15 partikulær fremgangsmåte i hvilken den PCC-holdige suspensjonen er minst delvis avvannet og utsatt for kommunisjon ved høyt skjær slitasjemaling med et slitende maledmedium. WO-A-00/66509 og WO-A-00/66510 (Lyons et al.) beskriver forskjellige kaolinleirer/PCC-blandinger, i hvilke "klossete" kaolinleire anvendes, ved hvilket menes at en formfaktor er mindre enn 20. Beskrivelsen av alle disse refe- 20 ransene er innbefattet heri ved referanse.

Fra teknikkens stand skal det også vises til EP 0949201 A1 som beskriver fremstilling av utfelt kalsiumkarbonat for anvendelse som pigment i betryknings- sammensetninger, samt JP 5148796 som beskriver en betrykningssammensetning av to typer pigment med spesifikk partikkelstørrelse og et bindemiddel (syntetisk 25 polymerlateks).

Kort beskrivelse av oppfinnelsen

Det er nå blitt oppdaget at et papir med forbedrede egenskaper oppnås når papiret bestrykes med en sammensetning som inkluderer et pigment omfattende en valgt partikulært behandlet vannholdig kaolinleire og et valgt partikulært kalsium- 30 karbonat. Spesielt er det funnet at det er synergistiske forbedringer i glans, opasitet og glatthet av papiret, eller til i det minst noen av disse parametrene, når sammenlignet med papir i hvilke pigmentet i betrykningen enten er en av individuelle komponenter av blandingen.

I henhold til et første aspekt av foreliggende oppfinnelse er det tilveiebrakt en pigmentsammensetning omfattende en blanding av partikulære materialer bestående av eller omfattende (a) et utfelt kalsiumkarbonat bestående hovedsakelig av aragonitt eller romboedriske partikkelformer, og (b) en behandlet partikulær vandig kaolinleire med en formfaktor større enn eller lik 25 og en steilhet større enn eller lik 20.

I henhold til et andre aspekt av foreliggende oppfinnelse er det tilveiebrakt en bestrykningssammensetning omfattende en vandig suspensjon av et partikulært pigment sammen med et bindemiddel, hvori det partikulære pigmentet omfatter (a) et utfelt kalsiumkarbonat bestående hovedsakelig av aragonitt eller romboedriske partikkelformer, og (b) en behandlet partikulær vandig kaolinleire med en formfaktor større enn eller lik 25 og en steilhet større enn eller lik 20.

I henhold til et tredje aspekt av foreliggende oppfinnelse er det tilveiebrakt en fremgangsmåte for å fremstille bestrykningssammensetningen som omfatter å blande det partikulære pigmentet og bindemiddelet i et vandig væskemedium for å fremstille en suspensjon av faststoffkomponentene deri, samt en fremgangsmåte for å fremstille et bestrøket glanset papir som omfatter å påføre til papiret bestrykningssammensetningen for å bestryke papiret og kalendrere papiret for å danne en glansbestrykning derpå.

I henhold til et fjerde aspekt av foreliggende oppfinnelse er det tilveiebrakt et papir bestrøket med en glansbestrykning som er den tørre resten av bestryknings-sammensetningen.

Bestrykningssammensetningene kan valgfritt inkludere ytterligere komponenter, som beskrevet i mer detalj under.

Detaljert beskrivelse av oppfinnelsen

Det partikulære pigment – Første komponent (kalsiumkarbonat)

Kalsiumkarbonatkomponenten anvendt i foreliggende oppfinnelse er lett kommersielt tilgjengelig, eller kan fremstilles ved fremgangsmåter som er velkjente i teknikken.

Eksempler på kommersielt tilgjengelige materialer inkluderer:

Karbonat A. Dette omfatter hovedsakelig aragonitt krystallformer. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 96,1% i vekt mindre enn 2 µm; 22,4% i vekt mindre enn 0,25 µm. GE-lysheten er 94-98 og d₅₀ er 0,3-0,5 µm. Et slikt materiale er OptiCalGloss™, tilgjengelig fra søkeren.

Karbonat B. Dette omfatter hovedsakelig romboedriske krystallformer. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 98,5% i vekt mindre enn 2 µm; 6,9% i vekt mindre enn 0,25 µm. GE-lysheten er 95-98 og d₅₀ er 0,5-0,7 µm. Et slikt materiale er OptiCalPrint™, tilgjengelig fra søkeren.

10 Karbonat C. Dette er et ultrafint GCC og omfatter hovedsakelig generelt sfæriske partikler. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er slik at: 93% i vekt av partiklene er mindre enn 2 µm. GE-lysheten er 96,9. Et slikt materiale er Carbital95™, tilgjengelig fra søkeren.

15 Karbonat D. Dette omfatter hovedsakelig aragonitt krystallformer. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 99% i vekt mindre enn 2 µm; 96% i vekt mindre enn 1 µm; 75% i vekt mindre enn 0,5 µm; 32% i vekt mindre enn 0,25 µm. ISO-pulverlyshet er 94,3.

20 Karbonat E. Dette omfatter hovedsakelig romboedriske krystallformer. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 98% i vekt mindre enn 2 µm; 90% i vekt mindre enn 1 µm; 39% i vekt mindre enn 0,5 µm; 6% i vekt mindre enn 0,5 µm. ISO-pulverlyshet er 94,3. Et slikt materiale er Albaglos S™, tilgjengelig fra SMI.

25 Karbonat F. Dette omfatter hovedsakelig aragonitt krystallformer. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 91% i vekt mindre enn 2 µm; 72% i vekt mindre enn 1 µm; 58% i vekt mindre enn 0,5 µm; 26% i vekt mindre enn 0,25 µm. ISO-pulverlyshet er 94,3.

30 Karbonat G. Dette er en lett malt (65 kWh/t) versjon av Karbonat F. Det omfatter hovedsakelig aragonitt krystallformer. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 96% i vekt mindre enn 2 µm; 86% i vekt mindre enn 1 µm; 69% i vekt mindre enn 0,5 µm; 30% i vekt mindre enn 0,25 µm. ISO-pulverlyshet er 92,5.

Karbonat H. Dette er en fullt malt (180-200 kWh/t) versjon av Karbonat F.

Karbonat I. Dette omfatter hovedsakelig romboedrisk krystallformer. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 98% i vekt mindre enn 2 μm ; 86% i vekt mindre enn 1 μm ; 55% i vekt mindre enn 1 μm ; 18% i vekt mindre enn 0,25 μm . ISO-pulverlyshet er 95,9. Et slikt materiale er Faxe Rhombo (0,5 μm)TM tilgjengelig fra Faxe.

Karbonat J. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 99% i vekt mindre enn 2 μm ; 96% i vekt mindre enn 1 μm ; 75% i vekt mindre enn 0,5 μm ; 26% i vekt mindre enn 0,25 μm . ISO-pulverlyshet er 93,8 Dette kan fremstilles ved å sandmale Karbonat F.

Karbonat K. Dette er en fin GCC og omfatter hovedsakelig generelt sfæriske partikler. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er slik at 90% i vekt av partiklene er mindre enn 2 μm og 65% i vekt av partiklene er mindre enn 1 μm . Lysheten er 97 (GE) eller 95 (ISO) og d_{50} er 0,7 μm . Et slik materiale er Carbital 90TM tilgjengelig fra søkeren.

Karbonat L. Dette er en fin GCC og omfatter hovedsakelig generelt sfæriske partikler. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er slik at 97-99% i vekt av partiklene er mindre enn 2 μm ; og 87-90% i vekt er mindre enn 1 μm . Lysheten er 96 (GE) eller 94 (ISO) og d_{50} er 0,4 μm . Et slik materiale er CarbiluxTM tilgjengelig fra søkeren.

Karbonat M. Dette er en malt aragonitt PCC. Den omfatter hovedsakelig generelt aragonitt krystallformer. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 98% i vekt er mindre enn 2 μm ; 94% i vekt mindre enn 1 μm ; 75% i vekt mindre enn 0,5 μm ; 30% i vekt mindre enn 0,25 μm . ISO-pulverlysheten er 93,7.

Fremgangsmåtene for å fremstille PCC omfatter vanligvis utfelling anvendende (i) kalk og karbondioksid, (ii) kalk og soda eller (iii) Solvayprosessen. En foretrukket fremgangsmåte for å fremstille aragonitt eller romboedrisk PCC anvender den første fremgangsmåten, og inkluderer trinnene av å karbonere et vandig kalkholdig medium for å gi en vandig suspensjon av et PCC. Prosessbetingelsene under utfellingsprosessen vanligvis nødvendig for å oppnå hovedsakelig en foretrukket krystallform er velkjent for fagpersoner.

For eksempel er hovedsakelig aragonitt krystallformen utfelt når det vandige kalkmediet fremstilles ved å blande ulesket kalk med vann ved en temperatur som ikke overstiger 60°C for å gi vandig suspensjon inneholdende fra 0,5 til 3,0 mol kalsiumhydroksid per liter suspensjon under betingelser slik at temperaturen av
5 suspensjonen øker med ikke mer enn 80°C, og å avkjøle den resulterende suspensjonen av lesket kalk til en temperatur i området fra 30 til 50°C, og når den påfølgende karboneringen involverer å sende en karbondioksidholdig gass gjennom kjølesuspensjonen ved en hastighet slik at ikke mer enn 0,02 mol av karbondioksid leveres per minutt per mol kalsiumhydroksid for å felle ut kalsiumkarbonat i
10 suspensjonen, mens temperaturen derav beholdes i området fra 30 til 50°C inntil pH'en har falt til en verdi innen området fra 7,0 til 7,5.

Utfellingsproduktet i formen av en vandig suspensjon har fortrinnsvis en viskositet på ikke mer enn 500 mPa.s (som målt ved et Brookfield viskosimeter anvendende en spindelhastighet på 100 rpm) og er fortrinnsvis en pumpbar og flytbar slurry.

15 Den vandige suspensjonen som inneholder det utfelte produktet initialt dannet kan behandles for å separere delvis eller fullt det vandige vertsmidiet fra det utfelte produkt faststoffer, for eksempel anvendende konvensjonelle separasjonsprosesser. For eksempel kan prosesser slik som filtrering, sedimentering, sentrifugering eller fordampning anvendes. Filtrering anvendende en filterpresse er foretrukket. Det
20 separate vandige mediet (for eksempel vann) kan valgfritt med ytterligere rensing eller klaring med en eller flere kjemiske, biokjemiske eller mekaniske prosesser som kan være kjent per se, resirkuleres for gjenbruk, for eksempel i en papirfabrikk (for eksempel for anvendelse i fortykning av papirtilvirkningsmassen eller for anvendelse som dusj for å vaske maskineri). De separerte faststoffene kan samles
25 for kvalitetskontroll ved målinger tatt på prøver og påfølgende levert til en lagringstank og deretter levert som nødvendig for anvendelse i en bruker-anvendelse, for eksempel i foreliggende oppfinnelse. Faststoffene inneholdende suspensjon kan gjenfortynnes for anvendelse ved brukeranlegget.

Det er ikke nødvendig for en vandig suspensjon inneholdende et PCC produkt å bli
30 avvannet før levering for anvendelse i en brukeranvendelse, for eksempel for anvendelse i en papirfabrikk. Den vandige suspensjonen eller slurryen kan leveres til en lagringstank eller direkte til brukeranlegget uten betydelig avvanning.

PCC har typisk en d_{50} på mindre enn 0,8 μm , for eksempel mindre enn omtrent 0,7 μm , og egnet minst omtrent 0,2 μm , for eksempel mellom omtrent 0,25 mm og omtrent 0,45 μm .

Kalsiumkarbonatkomponenten av pigmentproduktene ifølge foreliggende oppfinnelse har fortrinnsvis en partikkelstørrelsesfordeling slik at minst omtrent 90 vekt% av partiklene har en esd på mindre enn 2 μm . Som anvendt heri er esd-parameteren målt på velkjent måte ved sedimentasjon av det partikulære materialet i en fullt dispergert tilstand i et vandig medium anvendende en Sedigraph 5100 maskin som levert av Micromeritics Instruments Corporation, Norcross, Georgia, USA (telefon + 1 770 662 3620; webside: www.micromeritics.com), referert til heri som en Micromeritics Sedigraph 5100 enhet". En slik maskin tilveiebringer målinger og en plot av den kumulative prosentdelen i vekt av partikler med en esd som er mindre enn gitte eds-verdier.

PCCen benyttet i foreliggende oppfinnelse kan, dersom hovedsakelig aragonitt, ha i den fullt dispergerte tilstanden en partikkelstørrelsesfordeling slik at prosentdelen P i vekt av partikler med en størrelse mindre enn $x\mu\text{m}$, der x er henholdsvis 2 μm , 1 μm , 0,5 mm og 0,25 μm er som følger:

X(μm)	P(%)
2	Minst 90
1	Minst 75
0,5	Minst 60
0,25	Mellom 15 og 40

for eksempel kan PCCen benyttet i foreliggende oppfinnelse ha partikkelstørrelsesfordelingen som følger:

X(μm)	P(%)
2	Minst 95
1	Minst 82
0,5	Minst 66
0,25	Mellom 23 og 33

Alternativt kan PCCen benyttet i sammensetningene ifølge foreliggende oppfinnelse, dersom hovedsakelig romboedrisk, i den fullt dispergerte tilstanden ha en partikkel-

størrelsesfordeling slik at prosentdelen P i vekt av partiklene med en størrelse mindre enn $x\mu\text{m}$, der x henholdsvis er 2 μm , 1 μm , 0,5 μm og 0,25 μm , er som følger:

X(μm)	P(%)
2	Minst 93
1	Minst 86
0,5	Minst 22
0,25	Mellom 5 og 25

- 5 for eksempel kan PCCen benyttet i sammensetningene ifølge foreliggende oppfinnelse ha partikkelstørrelsesfordelingen som følger (x og P som definert over):

X(μm)	P(%)
2	Minst 97
1	Minst 90
0,5	Minst 25
0,25	Mellom 6 og 19

Den mediane ekvivalente partikkeldiameteren av en slik romboedrisk PCC kan være fra omtrent 0,4 til omtrent 0,6 μm .

- 10 PCCen benyttet i sammensetningene av oppfinnelsen kan ha en GE pulverlyshet på minst 90, for eksempel minst 92.

- Den krystallinske PCC-formen oppnådd i praksis er lite trolig 100% av noen valgt form. Det er ganske vanlig at en krystallform blandes med andre former selv når den er dominerende. Typisk kan det forventes at over 50 vekt% av partiklene er av den valgte formen, for eksempel over omtrent 60 vekt%, mer foretrukket minst omtrent 80 vekt%. Slike blandende former vil vanligvis gi egnede produkt-egenskaper. Utrykket "dominerende", når brukt i referanse til partikkelformer eller krystallformer, skal forstås på denne måten, slik at for eksempel en PCC som er beskrevet som "dominerende aragonitt" også kan inkludere opptil 50 vekt% av en eller flere andre partikkelformer, for eksempel romboedrisk.
- 15
- 20

I foreliggende oppfinnelse er aragonitt krystallformen vanligvis foretrukket.

Når en blanding av aragonitt og romboedriske krystallformer er nødvendig ifølge foreliggende oppfinnelse, kan dette fremstilles ved konvensjonelle blandeteknikker.

Fint sfærisk kalsiumkarbonat (malt kalsiumkarbonat eller GCC) produseres fra naturlig eller utfelt kalsiumkarbonat ved malemetoder som er velkjente i teknikken.

- 5 Utrykket "fint" anvendt her refererer til produkter i hvilke minst omtrent 80 vekt% av partiklene har en esd mindre enn 2 μm , og omfatter derfor typebetegnelsen "ultrafin".

Det partikulære pigmentet – andre komponent (behandlet kaolinleire)

- 10 Som behandlet i mer detalj under er den behandlede kaolinleiren anvendt i foreliggende oppfinnelse lett kommersielt tilgjengelig, eller kan fremstilles ved fremgangsmåter som er velkjente i teknikken. Kaolinleirekomponenten benyttet i sammensetningene av foreliggende oppfinnelse kan egnet være kaolin med en høy lyshet, for eksempel en GE-pulverlyshet på minst 85, for eksempel minst 90.

Formfaktor av kaolinleiren

- 15 En partikulær kaolinleire med høy formfaktor ansees å være mer "platete" enn et kaolinprodukt med lav formfaktor. "Formfaktor" som anvendt heri er et mål på en gjennomsnittsverdi (på et vektgjennomsnittlig grunnlag) av forholdet av gjennomsnittlig partikkeldiameter til partikkelstørrelse for en populasjon av partikler med varierende størrelse og form som målt anvendende den elektriske
- 20 konduktivitetsmetoden beskrevet i GB-A-2240398/US-A-5128606/EP-A-0528078 og anvendende ligningene avledet i disse patentbeskrivelsene. "Gjennomsnittlig partikkeldiameter" er definert som diameteren av en sirkel som har det samme arealet som den største flaten av partikkelen. I målemetoden beskrevet i EP-A-0528078 forårsakes den elektriske konduktiviteten av en fullt dispergert vandig
- 25 suspensjon av partikler under test å flyte gjennom en forlenget tube. Målinger av den elektriske konduktiviteten er tatt mellom (a) et par elektroder separert fra hverandre langs lengdeaksen av tuben, og (b) et par elektroder separert fra hverandre over den tversgående vidden av tuben, og ved å anvende forskjellen mellom de to konduktivitetsmålingene kan formfaktoren av partikkelmaterialet
- 30 under testen bestemmes.

Som fremsatt over kan formfaktoren av de partikulære kaolinleirene anvendt i foreliggende oppfinnelse være større enn, lik eller mindre enn omtrent 25, eller

være større enn eller lik omtrent 45, avhengig av naturen av den første komponenten av bestrykningssammensetningen. Når formfaktoren er over omtrent 25, kan den fortrinnsvis være over omtrent 30, mer foretrukket over omtrent 35. Når formfaktoren er under omtrent 25, kan den fortrinnsvis være mellom omtrent 5 og omtrent 20.

Gjennomsnittlig ekvivalent partikkeldiameter av kaolinleire

Den midlere (gjennomsnittlige) ekvivalente partikkeldiameteren (d_{50} verdien) og andre partikkelstørrelsesegenskaper referert til heri for de partikulære kaolinleirene måles ved sedimentasjon av det partikulære materialet i en fullt dispergert tilstand i et vandig medium anvendende en Micromeritics Sedigraph 5100 enhet. Den midlere ekvivalente partikkelstørrelsen d_{50} er verdien bestemt på denne måten av partikkel-esd ved hvilken det er 50 vekt% av partiklene som har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn denne d_{50} verdien.

Verdien av d_{50} for de partikulære kaolinleirene anvendt i foreliggende oppfinnelse kan være mindre enn, lik eller større enn omtrent $0,5 \mu\text{m}$, avhengig av naturen av den første komponenten. Der d_{50} for den partikulære kaolinleiren er større enn eller lik omtrent $0,5 \mu\text{m}$, kan den egnet være i området fra omtrent $0,1 \mu\text{m}$ til omtrent $0,5 \mu\text{m}$.

Der kaolinleiren som skal anvendes har en formfaktor som er mindre enn omtrent 25, er det foretrukket at leiren vil ha en d_{50} mindre enn omtrent $0,5 \mu\text{m}$, for eksempel i området omtrent $0,1 \mu\text{m}$ til omtrent $0,3 \mu\text{m}$.

Steilhet av kaolinleiren

"Steilheten" av en partikulær kaolinleire referer til en parameter med partikkelstørrelse av kaolinen, definert som $d_{30}/d_{70} \times 100$ der d_{30} er verdien av partikkel-esd ved hvilken det er 30 vekt% av partiklene som har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn den d_{30} verdien og d_{70} er verdien av partikkel-esd ved hvilken det er 70 vekt% av partiklene som har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn den d_{70} verdien.

Steilheten av den partikulære kaolinleiren anvendt i foreliggende oppfinnelse er mindre enn, lik eller større enn omtrent 20, avhengig av naturen av den første komponenten. Når steilheten av den partikulære kaolinleiren er større enn omtrent

20, kan den fortrinnsvis være mellom omtrent 25 og omtrent 45, for eksempel mellom omtrent 35 og omtrent 45, og typisk mindre enn omtrent 40.

Fremstilling av kaolinleire

Den partikulære kaolinleiren anvendt i denne oppfinnelsen er et behandlet
 5 materiale avledet fra en naturlig kilde, nemlig rå naturlig kaolinleire mineral. Den behandlede kaolinleiren kan typisk inneholde minst 50 vekt% kaolinitt. For eksempel inneholder de fleste kommersielt viktige behandlede kaolinleirer mer enn 75 vekt% kaolinitt og kan inneholde mer enn 90%, i noen tilfeller mer enn 95 vekt% kaolinitt.

10 Den behandlede kaolinleiren anvendt i foreliggende oppfinnelse kan fremstilles fra det rå naturlige kaolinleiremineralet ved en eller flere andre prosesser som er velkjente for fagpersoner, for eksempel ved kjente raffinerings- eller forbedrings-trinn.

For eksempel kan leiremineralet være bleket med et reduserende blekemiddel, slik
 15 som natriumhydrosulfitt. Dersom hydrosulfitt anvendes, kan det blekede leiremineralet valgfritt avvannes, og valgfritt vaskes og igjen valgfritt avvannes, etter natriumhydrosulfittblekettrinnet.

Leiremineralet kan behandles for å fjerne urenheter, for eksempel ved flokkulering eller magnetiske separasjonsteknikker som er velkjente i teknikken.

20 Prosessen for å fremstille den partikulære kaolinleiren i foreliggende oppfinnelse kan også inkludere en eller flere pulveriseringstrinn, for eksempel kverning eller maling. Lett pulverisering av en grov kaolin anvendes for å gi egnet delaminering derav. Pulveriseringen kan utføres ved anvendelsen av perler eller granuler av en plastikk, for eksempel nylon, kverning eller maling. Det grove kaolinet kan
 25 raffineres for å fjerne urenheter og forbedre fysiske egenskaper anvendende velkjente prosedyrer. Kaolinleiren kan behandles ved en kjent partikkelstørrelse klassifiseringsprosedyre, for eksempel sikting og/eller sentrifugering, for å oppnå partikler med en ønsket d_{50} -verdi eller partikkelstørrelsesfordeling.

Eksempler på kaolinleirer

Et antall partikulære kaolinleirer er kommersielt tilgjengelige, som har den nødvendige partikkelstørrelsen og formfaktoren. Alternativt kan den partikulære kaolinleiren anvendt i foreliggende oppfinnelse lett fremstilles fra kommersielt tilgjengelige kaolinleirer, på måter som er velkjente for fagpersonen, for å komme frem til den nødvendige partikkelstørrelsen og formfaktoren.

Den følgende partikulære behandlede vandige kaolinleiren for anvendelse i foreliggende oppfinnelse kan nevnes. De er anvendt i eksemplene under:

Leire A. Denne har en formfaktor på omtrent 25 til 35, en d_{50} på 0,58 μm og en steilhet på 27. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 83 vekt% mindre enn 2 μm ; 66 vekt% mindre enn 1 μm ; 47 vekt% mindre enn 0,5 μm ; 24 vekt% mindre enn 0,25 μm . GE lysheten er 88,9. En slik leire markedsføres av søkeren som Astraplate™.

Leire B. Denne har en formfaktor på omtrent 33, en d_{50} på 0,41 μm og en steilhet på 36. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 94 vekt% mindre enn 2 μm ; 82 vekt% mindre enn 1 μm ; 60 vekt% mindre enn 0,5 μm ; 30 vekt% mindre enn 0,25 μm . ISO lysheten er 86,8.

Leire C. Denne har en formfaktor på omtrent 33, en d_{50} på 0,62 μm og en steilhet på 43. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 92 vekt% mindre enn 2 μm ; 73 vekt% mindre enn 1 μm ; 38 vekt% mindre enn 0,5 μm ; 14 vekt% mindre enn 0,25 μm . ISO lysheten er 89,1. En slik leire markedsføres av søkeren som Supraprint™.

Leire D. Denne har en formfaktor på omtrent 56, en d_{50} på 0,41 μm og en steilhet på 32. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 92 vekt% mindre enn 2 μm ; 78,5 vekt% mindre enn 1 μm ; 59 vekt% mindre enn 0,5 μm ; 31 vekt% mindre enn 0,25 μm . GE lysheten er 88,2. En slik leire markedsføres av søkeren som Contour 1500™.

Leire E. Denne har en formfaktor på omtrent 58, en d_{50} på 0,46 μm og en steilhet på 36. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 92 vekt% mindre enn 2 μm ; 78 vekt% mindre enn 1 μm ; 55,5 vekt% mindre enn 0,5 μm ; 24,5 vekt% mindre enn 0,25 μm . GE lysheten er 88,4.

Leire F. Denne har en formfaktor på omtrent 25, en d_{50} på 0,49 μm og en steilhet på 24,4. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 82 vekt% mindre enn 2 μm ; 68 vekt% mindre enn 1 μm ; 50 vekt% mindre enn 0,5 μm ; 27 vekt% mindre enn 0,25 μm . GE lysheten er 88,1.

- 5 Leire G. Denne har en formfaktor på omtrent 25 - 30, en d_{50} på 0,44 μm og en steilhet på 36. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 93 vekt% mindre enn 2 μm ; 80 vekt% mindre enn 1 μm ; 56 vekt% mindre enn 0,5 μm ; 27 vekt% mindre enn 0,25 μm . GE lysheten er 87,0. En slik leire markedsføres av søkeren som Supragloss 95™.
- 10 Leire H. Denne har en formfaktor på omtrent 25 - 30, en d_{50} på 0,45 μm og en steilhet på 30. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 90 vekt% mindre enn 2 μm ; 76 vekt% mindre enn 1 μm ; 54 vekt% mindre enn 0,5 μm ; 30 vekt% mindre enn 0,25 μm . GE lysheten er 87,0.

Leire I. Dette er et "klossete" (lav formfaktor) papirbetrykning-kaolinpigment.

- 15 Denne har en formfaktor på omtrent 12, en d_{50} på 0,53 μm og en steilhet på 47. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 95,6 vekt% mindre enn 2 μm ; 20,5 vekt% mindre enn 0,25 μm . GE lysheten er 89,6. En slik leire markedsføres av søkeren som Astra-Plus™.

Leire J. Dette er et "klossete" (lav formfaktor) papirbetrykning-kaolinpigment.

- 20 Denne har en formfaktor på omtrent 11, en d_{50} på 0,18 μm og en steilhet på 36,9. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 99 vekt% mindre enn 2 μm ; 98 vekt% mindre enn 1 μm ; 92 vekt% mindre enn 0,5 μm ; 65 vekt% mindre enn 0,25 μm . GE lysheten er 91,3. En slik leire markedsføres av søkeren som Hubertex 91™.

Leire K. Dette er et "klossete" (lav formfaktor) papirbetrykning-kaolinpigment.

- 25 Denne har en formfaktor på omtrent 7,8, en d_{50} på 0,26 μm og en steilhet på 37,3. Den typiske partikkelstørrelsesfordelingen er som følger: 100 vekt% mindre enn 2 μm ; 99 vekt% mindre enn 1 μm ; 89 vekt% mindre enn 0,5 μm ; 51 vekt% mindre enn 1 μm . GE lysheten er 87,7. En slik leire markedsføres av søkeren som Cadam
30 SA (Brasil) som Amazon 88™.

Bindemiddelet

Bindemiddelet av sammensetningen ifølge foreliggende oppfinnelse kan velges fra bindemidler som er velkjente i teknikken. Bindemiddelet kan danne fra 4% til 30%, for eksempel 8% til 20%, spesielt 8% til 15% i vekt av faststoffinnholdet av sammensetningen. Mengden benyttet vil avhenge av sammensetningen og typen av bindemiddel, som i seg selv kan innbefatte en eller flere ingredienser.

Eksempler på egnede bindemidler inkluderer:

(a) stivelse: nivåer varierer typisk fra omtrent 4 vekt% til omtrent 20 vekt%. Stivelsen kan egnet være avledet fra naturlig stivelse, for eksempel naturlig stivelse oppnådd fra en kjent plantekilde, for eksempel hvete, mais, potet eller tapioka. Der stivelsen benyttes som en bindemiddelingrediens, kan stivelsen egnet være modifisert ved en eller flere kjemiske behandlinger kjent i teknikken. Stivelsen kan for eksempel være oksidert for å konvertere noen av dens $-CH_2OH$ -grupper til $-COOH$ -grupper. I noen tilfeller kan stivelsen ha en liten del av acetyl-, $-COCH_3$ -grupper. Alternativt kan stivelsen være kjemisk behandlet for å gjøre den kationisk eller amfotær, dvs. med både kationisk og anioniske ladninger. Stivelsen kan også konverteres til en stivelseseter, eller hydroksyalkylert stivelse ved å erstatte noen $-OH$ grupper med, for eksempel $-OCH_2CH_2OH$ -grupper, $-OCH_2CH_3$ -grupper eller $-OCH_2CH_2CH_2OH$ -grupper. En ytterligere klasse av kjemisk behandlede stivelser som kan anvendes er de kjent som stivelsesfosfater. Alternativt kan råstivelsen hydrolyseres ved hjelp av en fortynnet syre eller et enzym for å produsere en gummi av dekstrintypen. Mengden av stivelsesbindingen anvendt i sammensetningen ifølge foreliggende oppfinnelse er fortrinnsvis fra omtrent 4% til omtrent 25% i vekt, basert på den tørre vekten av pigment. Stivelsesbindingen kan anvendes i sammenheng med en eller flere andre bindemidler, for eksempel syntetiske bindemidler av lateks eller polyvinylacetat eller polyvinylalkoholtype. Når stivelsesbinderen anvendes i sammenheng med andre bindemidler, for eksempel et syntetisk bindemiddel, er mengden av stivelsesbindemiddelet fortrinnsvis fra omtrent 2% til omtrent 20% i vekt, og mengden av det syntetiske bindemiddelet fra omtrent 2% til omtrent 12% i vekt, begge basert på vekten av tørt pigment. Fortrinnsvis omfatter minst omtrent 50 vekt% av bindemiddelblandingen modifisert eller umodifisert stivelse.

(b) lateks: nivåer varierer typisk fra omtrent 4 vekt% til omtrent 20 vekt%.

Lateksen kan omfatte for eksempel en styrenbutadiengummilateks, akrylpolymerlateks, polyvinylacetat eller styrenakryl kopolymerlateks.

5 **(c) andre bindemidler:** nivåer varierer igjen typisk fra omtrent 4 vekt% til omtrent 20 vekt%. Eksempler på andre bindemidler inkluderer proteinholdige klebemidler slik som for eksempel kasein eller soyaprotein, polyvinylalkohol.

Ethvert av de ovennevnte bindemiddeltypene kan anvendes alene eller i blanding med hverandre og/eller med bindemidler, dersom ønskelig.

Valgfrie tilleggskomponenter av sammensetningen

10 Bestrykningssammensetningen ifølge foreliggende oppfinnelse kan inneholde en eller flere valgfrie tilleggskomponenter dersom ønskelig. Slike tilleggskomponenter, hvis tilstede, er egnet valgt fra kjente additiver for bestrykningssammensetninger. Eksempler på kjente klasser av valgfrie additiver er som følger:

15 **(a) en eller flere fornettere:** for eksempel nivåer opptil omtrent 5 vekt%; for eksempel glyoksaler, melamin formaldehydharpikser, ammonium-zirkoniumkarbonater.

20 **(b) En eller flere vannretensjonsmidler:** for eksempel opptil omtrent 2 vekt%, for eksempel natriumkarboksymetylcellulose, hydroksyetylcellulose, PVOH (polyvinyl alkohol), stivelser, proteiner, gummier, alginater, polyakrylamidbentonitt og andre kommersielt tilgjengelige produkter solgt for slike anvendelser.

25 **(c) En eller flere viskositetsmodifiserere og/eller fortykkere:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 2 vekt%; for eksempel akrylassosiative fortykkere, polyakrylater, emulsjonskopolymerer, dicyanamid, trioler, polyoksyetyleneter, urea, sulfatert kastorolje, polyvinylpyrrolidon, CMC (karboksymetyl celluloser, for eksempel natriumkarboksymetylcellulose), natriumalginat, xantangummi, natriumsilikat, akrylsyrekopolymerer, HMC (hydroksymetylcellulose), HEC (hydroksyetylcellulose) og andre.

- (d) **En eller flere smøre-/kalendreringsmidler:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 2 vekt%, for eksempel kalsiumstearat, ammoniumstearat, sinkstearat, voksemulsjoner, vokser, alkylketendimer, glykoler.
- 5 (e) **En eller flere dispergeringsmidler:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 2 vekt%, for eksempel polyelektrolyter slik som polyakrylater og kopolymerer inneholdende polyakrylatarter, spesielt polyakrylatsalter (for eksempel natrium og aluminium valgfritt med en gruppe II metallsalt), natrium heksametafosfater, ikke-ionisk polyol, polyfosforsyre, kondensert natriumfosfat, ikke-ioniske surfaktanter, alkanolamin
10 og andre reagenser vanligvis anvendt for denne funksjonen.
- (f) **En eller flere antiskum/skumdempere:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 1 vekt%, for eksempel blandinger av surfaktanter, tributylfosfat, fettpolyoksyetylenestere pluss fettalkoholer, fettsyresåper, silikonemulsjoner og andre silikonholdige sammensetninger, vokser og
15 uorganiske partikler i mineraloljer, blandinger av emulgerte hydrokarboner og andre forbindelser solgt kommersielt for å utføre denne funksjonen.
- (g) **En eller flere tørre eller våte pick-forbedrende additiver:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 2 vekt%, for eksempel melaminharpiks, polyetylenemulsjoner, ureaformaldehyd, melaminformaldehyd, polyamid,
20 kalsiumstearat, styrenmaleinanhidrid og andre.
- (h) **En eller flere tørr- eller våtskrubbforbedrere og/eller slitemotstandadditiver:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 2 vekt%, for eksempel glyksalbaserte harpikser, oksiderte polyetylen, melaminharpikser, ureaformaldehyd, melaminformaldehyd, polyetylenvoks,
25 kalsiumstearat og andre.
- (i) **En eller flere glansblekkdekkadditiver:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 2 vekt%, for eksempel oksiderte polyetylen, polyetylenemulsjoner, vokser, kasein, guar gummi, CMC, HMC, kalsiumstearat,
30 ammoniumstearat, natriumalginat og andre.

- (j) **En eller flere optiske lyshetsmidler (OBA) og/eller fluorescerende hvitemidler (FWA):** for eksempel i nivåer opptil omtrent 1 vekt%, for eksempel stilbenderivater.
- 5 (k) **Et eller flere fargestoff:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 0,5 vekt%.
- 10 (l) **Ett eller flere biocider/grokontrollmidler:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 1 vekt%, for eksempel metaborat, natriumdodecylbenen-sulfonat, tiocyanat, organosvovel, natriumbenzoat og andre forbindelser solgt kommersielt for denne funksjonen for eksempel i området av biocidpolymerer solgt fra Nalco.
- 15 (m) **En eller flere nivå og utgjevningmidler:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 2 vekt%, for eksempel ikke-ionisk polyol, polyetylenemulsjoner, fettsyrer, estere og alkoholderivater, alkohol/etylenoksid, natrium CMC, HEC, alginater, kalsiumstearat og andre forbindelser solgt kommersielt for denne funksjonen.
- 20 (n) **En eller flere fett eller oljeresistente additiver:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 2 vekt%, for eksempel polyetylen, lateks, SMA (styrenmaleinanhydrid), polyamid, vokser, alginat, protein, CMC, HMC.
- (o) **En eller flere vannresistente additiver:** for eksempel i nivåer opptil omtrent 2 vekt%, for eksempel oksiderte polyetylen, ketonharpikser, anionisk lateks, polyuretaner, SMA, glyksal, melaminharpiks, urea-formaldehyd, melaminformaldehyd, polyamid, glyksaler, stearater og andre materialer kommersielt tilgjengelige for denne funksjonen.
- 25 (p) **Et eller flere tilleggspigmenter:** pigmentet anvendt i foreliggende oppfinnelse, nemlig kalsiumkarbonat og kaolinleiresystemet, kan anvendes som det eneste pigmentet i papirbestrykningssammensetninger, eller det kan anvendes i sammenheng med ett eller flere andre kjente pigmenter slik som for eksempel kalsinert kaolin, titandioksid, kalsiumsulfat, satinhvitt, talkum og såkalt "plastikkpigment". Når en blanding av pigmenter anvendes er kalsiumkarbonat og kaolinleire-systemet fortrinnsvis til stede i sammensetningen i en mengde på minst
- 30 omtrent 80% av den totale tørrvekten av de blandede pigmentene.

Ethvert av de ovennevnte additiver og additivtyper kan anvendes alene eller i blanding med hverandre og/eller med andre additiver dersom ønskelig.

For alle de ovennevnte additivene er prosentdelene i vekt sitert basert på den tørre vekten av pigment (100%) til stede i sammensetningen. Når additivet er til stede i en minimum mengde kan minimumsmengden være omtrent 0,01 vekt% basert på tørrvekten av pigment.

Bestrykningssammensetningen

Bestrykningssammensetningen omfatter en vandig suspensjon av det definerte partikulære pigmentet med bindemiddelet og valgfritt en eller ytterligere additivkomponenter, som diskutert over.

Bestrykningssammensetningene består hovedsakelig av en vandig suspensjon av det definerte partikulære pigment, bindemiddelet og valgfritt ett eller ytterligere additiver valgt fra listen av additivtyper gitt over, med mindre enn omtrent 10 vekt% av andre ingredienser.

Faststoffinnholdet av bestrykningssammensetningen kan være større enn omtrent 60 vekt%, fortrinnsvis minst omtrent 70%, fortrinnsvis så høy som mulig, men fortsatt ved å gi en hovedsakelig fluidsammensetning som kan være nyttig i bestrykning (for eksempel opptil omtrent 80%).

Fremstilling av sammensetningen

Videre er det tilveiebrakt en fremgangsmåte for å fremstille bestryknings-sammensetningen, hvilken fremgangsmåte omfatter å blande det partikulære pigmentet i et vandig flytende medium for å fremstille en suspensjon av faststoffkomponentene deri. Bestrykningssammensetningen kan egnet fremstilles ved konvensjonelle blandeteknikker, som vil være velkjente for en med vanlig erfaring i teknikken.

En pigmentblanding kan initialt dannes ved å blande vandige suspensjoner av hver av de nødvendige pigmentene for å danne en vandig suspensjon som innbefatter blandingen av pigmenter. En slik vandig suspensjon kan være en dispergert vandig suspensjon og de individuelle vandige suspensjonene av pigmentene benyttet for å danne blandingen kan hver innbefatte et dispergeringsmiddel. Dispergerings-

midlene benyttet for å dispergere pigmentene i de individuelle vandige suspensjonene blandet sammen, og konsentrasjonene av slike suspensjoner, kan være de samme eller forskjellige.

- 5 Bestrykningssammensetningen kan dannes ved å blande sammen en vandig dispergert suspensjon inneholdende pigmentkomponentene, med bindemiddelet og enhver annen valgfri tilleggsbestanddel, på en måte som er kjent for fagpersoner.

Pigmentblandinger

- 10 Videre er det tilveiebrakt en pigmentsammensetning for anvendelse i fremstillingen av bestrykningssammensetningen, hvor pigmentsammensetningen omfatter en blanding av partikulære materialer.

Pigmentsammensetningen kan tilveiebringes som en tørr partikulær blanding bestående av eller inkludert komponentene definert over, eller som en suspensjon av partiklene i en væske, egnet vandig medium.

Bestrykningsprosess

- 15 Videre er det tilveiebrakt en fremgangsmåte for anvendelse av bestryknings-sammensetningen, som omfatter å påføre sammensetningen for å belegge et papirark og kalendrere papiret for å danne et glansbelegg derpå. Fortrinnsvis er glansbestrykningen dannet på begge sider av papiret.

- 20 Kalendrering er en velkjent prosess i hvilken papirjevnhet og glans forbedres og bulk reduseres ved å sende et bestrøket papir mellom kalenderniper eller valser en eller flere ganger. Vanligvis anvendes elastomerbelagte valser for å gi pressing med høye faststoffsammensetninger. En forhøyet temperatur kan anvendes. En eller flere (for eksempel opptil omtrent 12, eller noen ganger høyere) passeringer gjennom nipene kan anvendes.

- 25 Fremgangsmåter for å bestryke papir og andre arkmaterialer, og apparater for å utføre fremgangsmåtene er bredt publisert og velkjente. Slike fremgangsmåter og apparater kan passende anvendes for å fremstille bestrøket papir ifølge foreliggende oppfinnelse. For eksempel er det en omtale av slike fremgangsmåter publisert i Pulp and Paper International, May 1994, side 18 og følgende side(r). Ark
30 kan bestrykes på den arkdannende maskinen, dvs. "på-maskin", eller "av-maskin"

på en bestryker eller bestrykningsmaskin. Anvendelse av høye faststoff-sammensetninger er ønskelig i bestrykningsmetoden fordi den etterlater mindre vann for påfølgende fordampning. Derimot, som kjent i teknikken, bør faststoff-nivået ikke være så høyt at høy viskositet og jevnhetsproblemer introduseres.

- 5 Fremgangsmåtene for bestrykning ifølge foreliggende oppfinnelse er fortrinnsvis utført anvendende apparater omfattende (i) en anordning for å påføre bestrykningssammensetningen til materialet som skal bestrykes, som en påfører; og (ii) en anordning for å sikre at et korrekt nivå av bestrykningssammensetningen påføres, som en doseringsanordning. Når et overskudd av bestrykningssammen-
- 10 setning påføres påføreren, er doseringsanordningen nedstrøms for den. Alternativt kan den korrekte mengden av bestrykningssammensetning påføres til påføreren ved en doseringsanordning, for eksempel en filmpresse. Ved punkter for bestrykningspåføring og dosering varierer papirbanestøtten fra en støttevalse, for eksempel via en eller to påførere, til ingenting (dvs. kun strekk). Tiden bestrykningen er i
- 15 kontakt med papiret før det til slutt fjernes er hviletiden – og denne kan være kort, lang eller variabel.

- Bestrykningen tilsettes vanligvis ved et bestrykningshode ved en bestrykningsstasjon. Ifølge kvaliteten ønsket, er papirkvaliteter ubestrøket, enkelbestrøket, dobbeltbestrøket og selv trippelbestrøket. Når det tilveiebringes mer enn ett lag,
- 20 kan den initiale bestrykning (precoat) ha en rimeligere formulering og valgfritt mindre pigment i bestrykningssammensetningen. En bestryker som påfører en dobbeltbestrykning, dvs. en bestrykning på hver side av papiret, vil ha to eller fire bestrykningshoder, avhengig av antallet av sider bestrøket av hvert hode. De fleste bestrykningshoder bestryker kun på en side av gangen, men noen valsebestrykere
- 25 (for eksempel filmpresser, gatevalser, limpresser) bestryker begge sider i en passering.

- Eksempler på kjente bestrykere som kan benyttes inkluderer, uten begrensning, luftknivbestrykere, bladbestrykere, stavbestrykere, multihodebestrykere, valsebestrykere, valse/bladbestrykere, "cast"-bestrykere, laboratoriebestrykere,
- 30 gravurbestrykere, "kiss"-bestrykere, flytende påføringssystemer, revers-valsebestrykere, gardinbestrykere, spraybestrykere og ekstrusjonsbestrykere.

I alle eksemplene av bestrykningssammensetningene beskrevet i denne spesifikasjonen tilsettes vann til faststoffene for å gi en konsentrasjon av faststoffer som fortrinnsvis er slik at, når sammensetningen er bestrøket på et ark til en

ønsket målbestrykningsvekt, har sammensetningen en reologi som er egnet for å muliggjøre at sammensetningen kan bli bestrøket med et trykk (for eksempel et bladtrykk) på mellom 1 og 1,5 bar.

Bestrøket papirprodukt

- 5 Videre er det tilveiebrakt et papir bestrøket med en glansbestrykning som er den tørre resten av bestrykningssammensetningen.

Papiret, etter bestrykning og kalendrering, kan typisk ha en total papirvekt per enhetsareal (flatevekt) i området fra 30 g/m² til 70 g/m², spesielt fra 49 g/m² til 65 g/m² eller 35 g/m² til 48 g/m². Sluttbestrykningen har fortrinnsvis en vekt per
 10 arealenhet (bestrykningsvekt) i området fra 3 g/m² til 20 g/m², spesielt fra 5 g/m² til 13 g/m². En slik bestrykning kan påføres til begge sider av papiret. Derved kan det bestrøkte papiret være LWC- eller ULWC-papir. Papirglansen er fortrinnsvis større enn omtrent 45 TAPPI-enheter og Parker Print Surf verdien ved et trykk på 1 MPa av hver papirbestrykning er fortrinnsvis mindre enn omtrent 1 µm.

- 15 Generelt finnes fordelene med bestrykningssammensetningen ved alle konvensjonelle vekter. Derimot, i noen tilfeller kan det finnes at forskjellige kombinasjoner av fordeler kan observeres ved forskjellige bestrykningsvekter. For eksempel når den partikulære kaolinleiren har en relativt høy formfaktor, samtidig med en relativ lav midlere ekvivalent partikkeldiameter og relativt høy steilhet, finnes fordelene i
 20 noen tilfeller å være mer utpreget ved høyere bestrykningsvekter.

Testmetoder

Glans

- Glansen av en bestrøket papiroverflate kan måles ved hjelp av en test nedsatt av TAPPI Standard nr. 480 ts-65. Intensiteten av et lys reflektert ved en vinkel fra
 25 overflaten av papiret måles og sammenlignes med en standard av kjent glansverdi. Strålene av innkommende og reflektert lys er begge ved en vinkel på 75° til normalen av papiroverflaten. Resultatene er uttrykt i TAPPI-glansenheter. Glansen av det bestrøkte papiret ifølge foreliggende oppfinnelse kan være større enn 50, i noen tilfeller større enn 55, TAPPI-enheter.

Glatthet

Parker Print Surf ("PPS")-testen gir et mål på glattheten av en papiroverflate, og omfatter å måle hastigheten ved hvilken luft under trykk lekker fra en prøve av det bestrøkne papiret som er klemmt, under en kjent standard kraft, mellom en øvre plate som innbefatter et utløp for den sammentrykte luften og en nedre plate, den øvre overflaten av hvilken er dekket med et ark av enten en myk eller en hard referanse støttemateriale ifølge naturen av papiret under testen. Fra hastigheten av utslippsluft beregnes en rotmidlere kubisk åpning i μm mellom papiroverflaten og referansematerialet. En mindre verdi av denne åpningen representerer en høyere grad av glatthet av overflaten av papiret under testen.

Opasitet

Opasitet som anvendt heri, er et mål på prosent reflektans av innfallende lys av et bestrøket substrat. Standard testmetoden er ISO 2471. Opasiteten av en prøve papir kan måles ved hjelp av Elrepho Datacolor 3300 spektrofotometer anvendende en bølgelengdepassende opasitetsmålingen. Først gjøres en måling av prosentdelen av innfallende lys reflektert med en stabel på minst ti ark papir over et svart hull (Rinfinity). Stabelen av ark erstattes deretter med et enkelt papirark, og en andre måling av prosentdel reflektans av det enkle arket på det svarte dekslet gjøres (R). Prosent opasitet beregnes deretter fra formelen:

$$\text{Prosentdel opasitet} = 100 \times R/R_{\infty}$$

Lyshet

ISO-lyshet av det bestrøkne papir ble målt ved hjelp av Elrepho Datacolour 2000™ lyshetsmeter utstyrt med et nr. 8 filter (457 nm bølgelengde). GE lysheten som uttrykt heri, er definert i TAPPI Standard T542 og referer til prosentdelen reflektans til lys av en 457 nm bølgelengde ifølge fremgangsmåtene velkjente for fagpersoner.

Trykkgians

Trykkgiansen av en bestrøket papiroverflate måles gjennom den følgende standard TAPPI-test. Intensiteten av lys reflektert ved en vinkel fra overflaten av papiret måles og sammenlignes med en standard kjent printgiansverdi. Strålene av

innfallende og reflektert lys er både ved en vinkel på 20 grader eller 75 grader til normalen av papiroverflaten. Resultatene er uttrykt i TAPPI printglansenheter.

Beskrivelse av eksemplene

Eksempel 1

- 5 I dette eksempelet ble egenskapene av sammensetningene ifølge oppfinnelsen i hvilke det partikulære pigmentet omfatter et aragonitt utfelt kalsiumkarbonat og en kaolinleire med en formfaktor større enn eller lik 25 og en steilhet mellom 20 og 35 målt i sammenligning med sammensetninger inkludert enkeltkomponentpigmenter, sammensetninger inkluderer en klossete papirbetrykning-kaolinleire og
- 10 sammensetninger inkludert med en generell sfærisk partikkelstørrelse (Karbonat C) eller romboedrisk PCC (Karbonat B).

En variasjon av vandige betrykningssammensetninger ble fremstilt ved omtrent 54% eller 58% faststoff (se tabell 1 for detaljer), faststoffdelen omfattende som følger:

- 15 100 deler total pigment (kalsiumkarbonat/kaolin)
8 pph stivelse (PG280)
8 pph styrenbutadien gummilateks (Dow)
Akrylisk assosiativ fortykningsmiddel som krevd
1 pph Nopcote C104 (kalsiumstearat)
- 20 Pigmentene anvendt var:
100% Leire A (kontroll)
50:50 Leire A: Karbonat B ("OC-Print")
50:50 Leire A: Karbonat A ("OC-Gloss")
50:50 Leire A: Karbonat C ("C-95")
- 25 100% Leire I(kontroll)
50:50 Leire I: OC-Print
50:50 Leire I: OC-Gloss
50:50 Leire I: C-95
100% OC-Print
- 30 100% OC-Gloss
100% C-95

Bestrykninger ble deretter påført til et 34,5 g/m² mekanisk basepapir. En 7,0 g/m² bestrykningsvekt ble målsatt anvendende Heli-coater™ 2000, mens en tre tomme pond hode satt til 50° bladvinkel. Maskinhastigheten var 8000 m/min. Alle fargene ble bestrøket ved konstante faststoff med Brookfield viskositet justert ved å justere
 5 fortykkeren (gjennomsnittlig en dosering på ca. 0,05 ppb var nødvendig). Bestrykningsfargeviskositetene oppnådd med de forskjellige pigmentene er vist i tabell 1 under. En variasjon av bestrykningsvekter mellom 5 og 10 g/m² ble oppnådd og egenskaper interpolert til 7,0 g/m².

Kalendreringsbetingelser var som følger:

- 10 Instrument: Beloit Superkalender (krombestrøket stålvalse)
 Kalendreringstrykk: 250 psi (1,7 MPa)
 Nip: 3 nip
 Temperatur: 60 °C

Tabell 1: Bestrykningsfargeviskositeter for offset

Pigmenter	Brookfield mPa.s @ 100 rpm	Hercules 4400 rpm synlig viskositet mPa.s	% faststoff
100 leire A	1008	50,8	58,2
50 leire A:50 OC-Print	1044	57,8	58,1
50 Leire A:50 OC-Gloss	1080	50,8	58,2
50 leire A: 50 C-95	1004	49,1	54,4
100 leire I	1084	68,3	58,2
50 leire I: 50 OC-Print	1072	58,6	58,1
50 leire I: 50 OC-Gloss	1072	46,1	58,0
50 leire I: 50 C-95	1052	50,6	58,2
100 OC-Print	1056	41,6	58,3
100 OC-Gloss	1064	32,1	58,1
100 C-95	1044	38,7	58,1

15

Resultater

Arkegenskapene av glans, lyshet, opasitet og PPS glatthet er vist i tabell 2 (100% pigmenter) og 3 (50:50 blandinger). I alle resultatene er de målte egenskapene

interpolert til 7,0 g/m² vist først, etterfulgt av det aritmetiske gjennomsnittet av 100% komponentene (i parentes), til den positive eller negative synergien til slutt var oppnådd. Merk at positive verdier representerer synergistiske forbedringer i arkkvalitet og negative verdier forringelse i arkkvalitet.

- 5 Anvendende Leire A viste lyshet og glatthet synergistiske fordeler når de ble blandet med alle tre kalsiumkarbonattyper. Ved 50% kalsiumkarbonat, er aragonitt (OptiCalGloss) det beste valget som gir betydelig forbedret glans (+3 TAPPI enheter) sammen med god lyshet og opasitetsbedring. Carbital gir ingen betydelig forbedring i glans og opasitet.

- 10 Blandinger med Astra-Plus (Leire 1) oppfører seg annerledes med Leire A. Det er antisynnergier i glans med alle tre karbonattyper. Aragonitt (OCGloss) gir antisynergi også i opasitet og glatthet, og ingen bedring i lyshet. Med en romboedriske PCC og GCC, blir kun små synergier og glattheter observert.

Tabell 2. Arkegenskaper av 100% pigmentbestrykninger interpolert til 7,0 g/m² bestrykningvekt

15

Ark-egenskap	Leire A	Leire I	Optisk glans	Optisk trykk	Karbital 95
75° glans	44	55	44	40	27
Lyshet	65,7	68,0	69,6	69,8	67,5
Opasitet	87,0	88,0	88,1	88,0	86,7
PPS glatthet	1,37	1,17	1,54	1,55	1,86

Tabell 3. Arkegenskaper av 50/50 blandinger, aritmetisk middel og synergi oppnådd

Arkegenskap	Leire A/OC gloss 50/50	Leire A/OC print 50/50	Leire A/C-95 50/50
75° glans	47(44)+3	42(42)0	34(35)-1
Lyshet	68,7(67,7)+1,0	68,6(67,8)+0,8	67,6(66,6)+1,0
Opasitet	87,9(87,6)+0,3	87,9(87,5)-0,4	87,2(86,9)-0,3
PPS glatthet	1,41(1,46)+0,05	1,36(1,46)+0,1	1,58(1,62)+0,04
	Leire I/OC gloss 50/50	Leire I/OCprint 50/50	Leire I/C-95 50/50
75° glans	45(49)-4	46(47)-1	42(41)-1
Lyshet	68,8(68,8)0	69,3(68,9)+0,4	68,1(67,8)+0,3
Opasitet	87,8(88,0)-0,2	88,3(88,0)+0,3	87,7(87,4)+0,3
PPS glatthet	1,41(1,36)0,05	1,35(1,36)+0,01	1,41(1,52)+0,11

Eksempel 2

- 5 I dette eksempelet ble egenskapene av sammensetningene ifølge oppfinnelsen i hvilke det partikulære pigmentet omfatter et aragonitt eller romboedrisk utfelt kalsiumkarbonat og en kaolinleire med en formfaktor større enn eller lik omtrent 25 og en steilhet større eller lik omtrent 20 (leirer B, C, D og E) målt i sammenligning med sammensetninger inkludert enkeltkomponent pigmenter og sammensetninger
- 10 som inkluderer en et fint partikulært kalsiumkarbonat med en generell sfærisk partikkelstørrelse (Carbital 95).

De følgende pigmentene ble testet:

- 100% Leire D
 50:50 Leire D : OptiCalGloss
 15 50:50 Leire D : OptiCalPrint
 100% OptiCalPrint
 100% Leire E
 50:50 Leire E : OptiCalGloss
 50:50 Leire E : OptiCalPrint
 20 100% Leire C
 50:50 Leire C : OptiCalGloss
 50:50 Leire C : OptiCalPrint

100% Leire B
 50:50 Leire B : OptiCalGloss
 50:50 Leire B : OptiCalPrint
 50:50 Leire D : C-95
 5 50:50 Leire E : C-95
 50:50 Leire C : C-95
 50:50 Leire B : C-95
 100% C-95

10 En rekke vandige bestrykningssammensetninger ble fremstilt ved omtrent 53% eller 59% faststoff (se tabell 4 for detaljer), faststoffdelen omfattende som følger:

100 deler pigment (total)
 8 pph styrenbutadien gummilateks (Dow 950)
 8 pph hydroksyetylstivelse (Penford Gum 280)
 1 pph Nopcote C104 (kalsiumstearat)

15 De høyere faststoffinnholdene av disse sammensetningene gir en nyttig fordel for tørkebegrensede papirfabrikker, ettersom det muliggjør å øke hastigheten.

20 Fargene ble bestrøket ved 1000 m/min på Caledonian mechanical LWC base anvendende Helicoater 2000D og kort hvilehode. Bestrykningsprøvene ble kalendreret anvendende 8 nip gjennom Perkins Superkalendrereren ved 65°C og et trykk på 69 bar. Bestrykningsfargeviskositeter oppnådd med forskjellige pigmenter er vist i tabell 4 under.

Tabell 4: Bestrykningsfarge reologiske egenskaper

Pigment/Blanding	faststoff wt%	Ferranti Shirley høyskjærviskositet mPa.s 12800s ⁻¹	Brookfield 100 rpm viskositet mPas
Leire D	53,2	70	720
Leire D/OptiCal Gloss 50/50	56,1	72	740
OptiCal Gloss	57,6	65	860
Leire D/OptiCal Print 50/50	56,1	70	680
OptiCalPrint	58,9	70	660

Leire E	52,8	74	560
Leire E/OptiCal Gloss 50/50	55,2	72	730
Leire E/OptiCal Print 50/50	55,2	76	600
Leire C	57,6	75	680
Leire C/OptiCal Gloss 50/50	57,8	76	780
Leire C/OptiCal Print 50/50	58,3	77	700
Leire B	56,4	69	1020
Leire B/OptiCal Gloss 50/50	56,7	75	900
Leire B/OptiCal Print 50/50	56,9	80	800
Leire D/C95 50/50	57,5	87	960
Leire E/C95 50/50	57,0	90	780
Leire C/C95 50/50	57,7	98	780
Leire B/C95 50/50	57,0	72	790
C95	59,7	83	1040

Resultater

Arkegenskaper er listet for hvert pigment eller pigmentblanding i tabell 5.

Resultatene er listet i rekkefølge etter økende bestrykningsvekt, 6, 8 og 10 g/m².

- 5 For blandingene er tre tall listet for hver egenskap. Disse er først den målte verdien, deretter (i parentes) det aritmetiske middel beregnet fra resultatene for 100% komponenter, og til slutt økningen eller reduksjonen grunnet blødning. Dette representerer størrelsen av enhver synergistisk eller antis synergistisk effekt. Dersom den synergistiske effekten resulterer i en forbedring, så er resultatene listet som positive. Dersom resultatene er en reduksjon i papirkvalitet, er resultatene listet som negative.
- 10

Tabell 5: Arkegenskaper ved 6, 8 og 10 g/m²

Pigment	glans	lyshet	opasitet	PPS1000 kPa
Leire D	56	69,3	86,7	1,03
	62	70,0	87,5	0,97
	67	70,5	88,1	0,91

Leire D/Opti- CalGloss 50/50	52(50)+2	72,4(71,3)+1,1	87,5(87,0)+0,5	1,13(1,19)+0,06
	58(56)+2	73,6(72,6)+1,0	88,6(88,1)+0,5	1,02(1,09)+0,07
	62(61)+1	74,4(73,4)+1,0	89,4(88,8)+0,6	0,93(1,00)+0,07
OptiCal Gloss	45	73,3	87,3	1,35
	51	75,1	88,6	1,20
	55	76,2	89,5	1,08
Leire D/OptiCal Print 50/50	47(50)-3	72,6(72,0)+0,4	87,7(87,4)+0,3	1,11(1,16)+0,05
	54(56)-2	73,9(73,1)+0,8	88,7(88,2)+0,5	1,01(1,06)+0,05
	60(60)0	74,9(74,0)+0,9	89,4(88,9)+0,5	0,93(0,99)+0,06
OptiCal Print	44	74,7	88,0	1,28
	49	76,2	88,9	1,16
	53	77,4	89,6	1,07
Leire D/C95 50/50	44(44)0	71,8(70,7)+1,1	87,0(86,5)+0,5	1,10(1,28)+0,18
	50(50)0	72,7(71,6)+1,1	87,9(87,2)+0,8	0,96(1,19)+0,23
	55(55)0	73,4(72,2)+1,2	88,6(87,9)+0,7	0,85(1,12)+0,27
C95	33	72,0	86,2	1,52
	38	73,1	87,0	1,40
	42	74,0	87,7	1,32
Leire E	57	70,0	86,8	1,04
	63	70,7	87,6	0,94
	67	71,2	88,3	0,87
Leire E/OptiCal Gloss 50/50	50(51)-1	73,0(71,7)+1,3	87,5(87,1)+0,4	1,12(1,19)+0,07
	57(57)+0	74,1(72,9)+1,2	88,5(88,1)+0,4	1,00(1,07)+0,07
	63(61)+2	74,9(73,7)+1,2	89,3(88,9)+0,4	0,92(1,00)0,08
Leire E/OptiCal Print 50/50	50(50)0	73,2(72,4)+0,8	87,7(87,4)+0,3	1,05(1,16)+0,11
	56(56)0	74,3(73,5)+0,8	88,9(88,2)+0,7	0,97(1,05)+0,08
	61(60)+1	75,2(74,3)+0,9	89,8(89,0)+0,8	0,90(0,97)+0,07
Leire E/C95 50/50	44(45)-1	72,2(71,0)+1,2	87,3(86,5)+0,8	1,11(1,28)+0,17
	50(50)0	73,1(71,9)1,2	88,2(87,3)+0,9	0,99(1,17)+0,18
	55(55)0	73,9(72,6)+1,3	88,9(88,0)+0,9	0,90(1,09)+0,19
Leire C	53	70,8	86,7	1,07
	60	71,8	87,8	0,95
	64	72,5	88,5	0,87
Leire C/OptiCal Gloss 50/50	49(49)0	73,2(72,0)+1,2	87,5(87,0)+0,5	1,08(1,21)+0,13
	55(55)0	74,4(73,5)+0,9	88,4(88,2)+0,2	0,97(1,07)+0,10
	60(60)0	75,3(74,4)+0,9	89,2(89,0)+0,2	0,87(0,97)+0,10

Leire C/OptiCal Print 50/50	51(49)+2	73,6(72,8)+0,8	87,9(87,4)+0,5	1,03(1,17)+0,14
	57(55)+2	74,9(74,0)+0,9	88,8(88,4)+0,4	0,91(1,05)+0,14
	61(59)+3	75,9(75,0)+0,9	89,6(89,1)+0,5	0,82(0,97)+0,15
Leire C C95 50/50	41(43)-2	72,5(71,4)+1,1	87,0(86,5)+0,5	1,20(1,29)+0,09
	47(49)-2	73,4(72,4)+1,0	87,8(87,4)+0,4	1,09(1,17)+0,08
	52(53)-1	74,1(73,2)+0,9	88,5(88,1)+0,4	1,00(1,09)0,09
Leire B	57	70,1	86,5	1,00
	62	70,6	87,4	0,87
	66	71,0	88,2	0,77
Leire B/OptiCal Gloss 50/50	57(51)+6	73,2(71,7)+1,5	87,8(86,9)+0,9	1,04(1,18)+0,14
	62(56)+6	74,3(72,9)+1,4	88,8(88,0)+0,8	0,93(1,03)+0,10
	66(60)+6	75,0(73,6)+1,4	89,7(88,8)+0,9	0,84(0,93)+0,09
Leire B/OptiCal Print 50/50	48(51)-3	72,9(72,4)+0,6	87,8(87,3)+0,4	1,08(1,14)+0,06
	55(56)-1	74,2(73,4)+0,8	88,7(88,2)+0,5	0,93(1,02)0,09
	59(60)-1	75,3(74,2)+1,1	89,4(88,9)+0,5	0,84(0,92)+0,08
Leire B/C95 50/50	46(45)+1	72,3(71,1)+1,2	87,0(86,4)+0,6	1,13(1,26)+0,13
	51(50)+1	73,1(71,9)+1,2	87,9(87,2)+0,7	1,05(1,13)+0,08
	55(54)+1	73,8(72,5)+1,3	88,7(88,0)+0,7	0,97(1,04)+0,07

Eksempel 3

I dette eksempelet ble egenskapene av sammensetningene i hvilke det partikulære pigmentet omfatter et aragonitt utfelt kalsiumkarbonat og en kaolinleire med en formfaktor på 25 og en steilhet over 20 (leire F) målt ved forskjellige leire:PCC-forhold i sammenligning med sammensetninger inkludert romboedrisk utfelt kalsiumkarbonat i stedet for aragonitt PCC ved 60:40 leire:PCC-forhold og sammensetninger som inkluderer enkelkomponentpigmenter.

For blandningene er to tall listet for hver egenskap. Disse er først den målte verdien, deretter (i parentes) det aritmetiske middelet beregnet fra resultatene for 100% komponentene.

Sammensetningen og bestrykningsbetingelsene var som fremsatt i overskriften av tabell 6 under, som viser de oppnådde resultatene.

Tabell 6

LWC – 8 g/m ² Formulering: 8 deler Dow 950 lateks, 9 deler PG 280 stivelse + stearat Helibestrykning: 600 m/min, 45° bladvinkel, Caledonian LWX råpapir Superkalendrering: 8 nip, 1000 psi, 65 °C								
Pigment- blanding	Farge- fast- stoff Wt%	Kalendrete arkegenskaper			Trykkglans		Trykkdensitet	
		glans%	lyshet (ISO)	Opasitet (ISO)	tørr	Litho	tørr	L/D
Leire F	55,4	61	71,8	91,4	87	76	1,59	0,72
Karbonat D	56,0	54	77,0	92,3	70	67	1,45	0,97
Karbonat E	56,0	44	77,2	92,3	71	69	1,42	0,96
Leire F/- karb D 60:40	56,0	56 (58)	74,6 (73,9)	92,0 (91,8)	77 (88)	67 (72)	1,51 (1,53)	0,88
Leire F/karb D 40:60	56,4	57 (57)	75,7 (74,9)	92,1 (91,9)	75 (77)	67 (71)	1,50 (1,51)	0,87
Leire F/karb E 60:40	56,2	50 (54)	75,0 (74,0)	91,8 (91,8)	72 (81)	65 (73)	1,47 (1,52)	0,90

Eksempel 4

I dette eksempelet ble egenskapene av sammensetningene ifølge oppfinnelsen i hvilke det partikulære pigmentet omfatter et aragonitt eller romboedrisk utfelt kalsiumkarbonat og en kaolinleire med en formfaktor på 25 til 30 og en steilhet større enn 20 (leire H) målt ved 50:50 blandingsforhold i sammenligning med sammensetninger inkludert enkelkomponentpigmenter.

For blandingene er to tall listet for hver egenskap. Disse er først den målte verdien, deretter (i parentes) det aritmetiske middelet beregnet fra resultatene for 100% komponentene.

10 Sammensetningen og bestrykningsbetingelsene var som fremsatt i overskriften av tabell 7 under, som viser de oppnådde resultatene. Tabell 8 under oppsummerer de observerte synergier.

Tabell 7

LWC												
Formulering: 10 deler Dow 950 lateks,0,3 deler Finnfix 5 CMC. Bestrykning: 600 m/min, 45° bladvinkel, LWC råpapir												
Soft kalendrerings: 20 m/min 1 nip, 300 kN/m², 100 °C												
Arkegenskaper						Trykkegenskaper						
Farge	Farge- faststoff Wt%	Ark- glans %	Ark- lyshet ISO	Ark- opasitet ISO	hvithet (- UV) (D65)	Bestryk- nings- vekt GSM	Trykkglans			Trykkdensitet		
							tørr	Litho	Snap	tørr	Litho	L/D
Sole Pigments												
Karbo- nat H	66,5	55	76,3	86,0	64,3	8,5	68	63	13	1,42	1,41	0,99
Karbo- nat G	64,3	53	76,4	86,0	65,0	8,3	67	62	15	1,45	1,42	0,98
Karbo- nat F	64,3	48	76,7	85,5	65,0	8,3	65	59	17	1,42	1,40	0,99
Karbo- nat I	66,8	50	76,5	85,3	63,7	7,7	68	63	18	1,44	1,40	0,97
Karbo- nat E	67,1	53	77,1	86,4	64,3	8,1	71	68	18	1,43	1,40	0,98
Karbo- nat C	69,3	53	75,2	84,7	61,3	8,5	69	65	16	1,50	1,44	0,96
Leire H	61,7	61	73,0	86,2	57,4	7,7	80	64	19	1,50	1,21	0,81
Karbo- nat H	63,8	63 (58)	75,5 (74,7)	87,0 (86,1)	62,8 (60,9)	7,4	78 (74)	65	15	1,46 (1,46)	1,37	0,94
Karbo-	62,8	60 (57)	75,4	86,5	62,4	8,2	77 (74)	67	17	1,47	1,38	0,94

Tabell 8

Farge	Arkglans %	Arklyshet (ISO)	Arkopasitet ISO	Hvithet (-UV)(D65)	trykkgans
Karbonat H	+5	+0,8	+0,9	+1,9	+4
Karbonat G	+3	+0,7	+0,4	+1,2	+3
Karbonat F	+3	+0,8	+0,8	+1,4	+4
Karbonat I	0	+0,8	+0,9	+1,4	+3
Karbonat E	-2	+0,9	+0,9	+1,5	+1
Karbonat C	-2	+1,1	+1,3	+1,7	0

Eksempel 5

I dette eksempelet ble effektene av synergiene av å variere forholdene av
5 første:andre komponentene av pigmentblandingen undersøkt i forhold til leire G og aragonitt PCC.

Sammensetningene og bestrykningsbetingelsene var som fremsatt i overskriften av tabell 9 under, som viser resultatene oppnådd. Tabell 10 under oppsummerer de observerte synergier.

10 **Tabell 9**

Formulering: 11 deler Dow 950 lateks, 0,3 deler Finnfix 5 CMC Bestrykning: 6000 m/min, 450 bladvinkel, LWC råpapir Superkalendring: Standard offsetbetingelser				
Farge	Fargefaststoff Wt%	Arkglans %	Arklyshet ISO	Arkopasitet ISO
Karbonat J	64,9	56	76,3	86,8
Leire G	61,3	68	73,0	86,7
50:50 Karb. J: Leire G	62,6	66(62)	75,5(74,7)	87,4(86,8)
75:25 Karb.J: Leire G	63,6	61(59)	76,0(75,5)	87,0(86,8)

Tabell 10

Farge	Arkglans %	Arklyshet ISO	Arkopasitet ISO
50:50 blanding	+4	+0,8	+0,6
75:25 blanding	+2	+0,5	+0,2

Eksempel 6

I dette eksempelet ble effektene av synergiene av å variere forholdene av første:andre komponentene av pigmentblandingen undersøkt i forhold til leire H og aragonitt PCC. Tabell 11 under oppsummerer de observerte synergier.

Tabell 11

Formulering: 10 deler Dow 950 lateks, 4 deler Cerestar (05598) stivelse + fornetter Bestrykning: LDТА, 1400 m/min, 48° bladvinkel, 0,381 mm blad LWC-råpapir (39 g/m ²) Superkalendring: 800 m/min 11 nip, 300 kN/m ² , 100 °C									
PCC/- Leire H-for- hold	Farge fast- stoff Wt%	Ark- glans Side 1	Ark- glans Side 2	Ark- lyshet ISO	Arkopa- sitet ISO	Trykkgians		Trykkdensitet	
						tørr	Litho	tørr	L/D
30:70	56,6	62	54	71,6	91,8	71	59	1,43	0,87*
50:50	59,7	64	59	72,4	92,1	73	63	1,47	0,92
70:30	60,0	58	50	72,9	91,5	67	60	1,45	0,96

Det kan sees at optimering oppstår rundt 50:50 blandingsforholdet. Dette forholdet ble valgt for det følgende eksempelet.

Eksempel 7

I dette eksempelet ble det valgte 50:50 forholdet av kalsiumkarbonat sammenlignet mot sammenligningsformuleringene:

Karbonat F: Leire K

Karbonat I: Leire K

Karbonat K: Leire K

Sammensetningene og bestrykningsbetingelsene var som fremsatt i overskriften av tabell 12 under.

Tabell 12

Formulering: 10 deler Dow 950 Lateks, 4 deler Cerestar (05598)+fornetter Bestrykning: LDТА, 1400 m/min, 48° bladvinkel, 0,381 mm blad, LWC råpapir (39 g/m ²) Superkalendrering: 800 m/min 11 nip, 300 kN/m ² , 100 °C									
Farge (alle 50:50 blan- dinger)	Farge fast- stoff Wt%	Ark- glans side 1	Ark- glans side 2	Arklys- het ISO	Ark- opasitet ISO	Trykkgians		Trykk- densitet	
						tørr	Litho	tørr	L/D
Karb F/- Leire H	59,7	64	59	72,4	92,1	73	63	1,47	0,92
Karb F/- Leire K	60,0	67	60	71,7	91,7	66	60	1,42	0,96
Karb I/Leire K	61,2	66	59	71,1	91,3	69	63	1,42	0,95
Karb K/Leire K	61,3	57	50	70,4	90,9	61	56	1,42	0,96

5 **Eksempel 8**

I dette eksempelet ble 80:20 blandinger av kalsiumkarbonat:leire anvendende karbonat M og leirer G og H sammenlignet mot sammenligningsformuleringer:

Karbonat M: Leire K

Karbonat K: Leire K

10 Karbonat L: Leire K

Karbonat I: Leire K

To forskjellige toppbestrykninger ble anvendt, resultatene er vist i tabeller 13 og 14 under og sammensetningene og bestrykningsbetingelsene var som fremsatt i de respektive overtekstene til disse tabellene.

Tabell 13

Formulering: 10 deler Dow 950 Lateks, 0,3 deler Finnfix 5 CMC og 0,5 deler OBA Bestrykning: LDТА, 800 m/min, 48° bøyd blad, (0,381 mm) forbehandlet bestrøket trefritt råpapir Superkalendring: 800 m/min 11 nip, 300 kN/m ² , 100 °C									
Farge alle 80 delar karbo- nat	Farge fast- stoff Wt%	Ark- glans %	Arklys- het ISO	Ark- opasi- tet ISO	Hvithet (+UV) D65	Trykkgians		Trykk- densitet	
						tørr	Litho	tørr	L/D
Karb M/Leire H	60,3	80	87,4	89,2	107,6	93	88	1,54	0,97
Karb M/Leire G	61,8	79	87,5	89,5	107,4	93	89	1,53	0,97
Karb M/Leire K	62,9	79	86,9	89,7	104,8	90	87	1,54	0,98
Karb K/Leire K	67,3	77	86,9	88,4	106,9	94	89	1,56	0,97
Karb L/Leire K	66,6	78	87,3	88,7	108,7	93	91	1,55	0,97
Karb I/Leire K	64,0	76	87,3	89,3	103,6	93	88	1,51	0,96

Tabell 14

Formulering: 10 deler Dow 950 Lateks, 0,3 deler Finnfix 5 CMC og 0,5 deler OBA Bestrykning: 600 m/min, 45° vinkel, 65 g/m ² ubestrøket trefri base Superkalendrerings: 800 m/min 1 nip, 300 kN/m ² , 100 °C								
Farge	Farge- fast- stoff Wt%	Ark- glans %	Ruhet PPS 5 kPa	Ark- lyshet ISO	Ark- opasitet ISO	Hvit- het(+UV) (D65)	Trykkglass	
							tørr	Litho
Karb K/Leire K 70:30	68,3	76	0,68	81,4	86,4	92,9	91	88
Karb M/- Leire G 50:50	62,2	77	0,60	82,4	87,8	92,5	91	88
Karb M/- Leire G 70:30	65,1	74	0,73	83,2	87,4	95,7	90	87

Eksempel 9

5 Dette eksempelet illustrerer ytelsen av en 50:50 blanding av aragonitt og romboedrisk PCC i et pigment inneholdende et klossete partikulært kaolin (leire K).

Et 75 g/m² pre-bestrøket trefritt råpapir ble bestrøket på en Heli-Coater™ anvendende en bladpåfører ved 1200 m/min med bestrykningene kjørt ved de maksimale kjørbare faststoff. Formuleringen var 83 deler karbonat og 17 deler ka-
 10 loin med 9 deler lateks (4,5 ppb styrenakryllateks Acronal S360D; 4,5 ppb styrenbutadien lateks Dow DI 940), 1 del PVOH, 0,6 deler OBA (Tinopal ABP), 0,3 deler CMC og 0,6 deler kalsiumstearat ved pH 8,5. Bestrykningsvektområdet var 8-12 g/m² og dataene ble interpolert til 10 g/m².

Kaolinene var leire J og K. PCC ble fremstilt fra karbonater A og B. Resultatene er vist i tabell 15 under.

Tabell 15

Pigment	glans (TAPPI)	lyshet (ISO)	Opasitet (TAPPI)	Trykkglans (TAPPI)	Snap (trykk- glans-glans)
Konvensjonell finmalt GCC/Leire K kontroll	79	91,8	88,3	88	9
Rombo/Aragonitt 50:50/Leire K	78	92,1	89,4	89	11

Som vist i tabell 16 under, ble lignende oppførsel observert når kaolinen ble byttet til leire J.

5 **Tabell 16**

Pigment	glans (TAPPI)	lyshet (ISO)	Opasitet (TAPPI)	Trykk- glans (TAPPI)	Snap (trykk- glans-trykk)
Rombo/Aragonitt 50:50/Leire J	78	92,1	89,4	89	11

De ovennevnte data illustrerer den ønskede effekten av å anvende 1:1 vekt/vekt blanding av aragonitt og romboedrisk PCC. Dette ga sammenlignet med GCC kontroll; minus en enhet i glans, +0,3 enheter lyshet, + 1,1 enheter i opasitet, +1
10 enhet i trykkglans og en snapverdi på +11 sammenlignet med +9 med kontrollen.

Konklusjon

Dette arbeidet bekrefter at synergistiske fordeler i egenskapene glans, lyshet, opasitet og glatthet, eller i det minste noen av dem oppstår når kombinasjonene av partikulært kalsiumkarbonat og partikulære kaolinleirer ifølge foreliggende
15 oppfinnelse benyttes som pigmenter i papir bestrykningssammensetninger.

Generelt er fordelene vist ved alle konvensjonelle bestrykningsvekter på papir. Derimot, når den partikulære kaolinleiren har en relativt høy formfaktor, samtidig

med en relativ lav midlere ekvivalent partikkeldiameter og relativt høy steilhet, er fordelene mer utpreget ved høyere bestrykningsvekter.

Generelt sett er aragonitt utfelt kalsiumkarbonat foretrukket som den første komponenten av pigmentsystemet ifølge foreliggende oppfinnelse. Forholdet
5 mellom kalsiumkarbonat og kaolinleire er egnet rundt 50:50.

Patentkrav

1. Pigmentsammensetning omfattende en blanding av partikulære materialer bestående av eller omfattende:
 - (a) et utfelt kalsiumkarbonat bestående hovedsakelig av aragonitt eller romboedriske partikkelformer, og
 - (b) en behandlet partikulær vandig kaolinleire med en formfaktor større enn eller lik 25 og en steilhet større enn eller lik 20.
2. Pigmentsammensetning ifølge krav 1, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet består hovedsakelig av romboedriske partikkelformer.
3. Pigmentsammensetning ifølge krav 1, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet består hovedsakelig av aragonitt partikkelformer.
4. Pigmentsammensetning ifølge et hvilket som helst av krav 1 til 3, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet har en d_{50} på mindre enn $0,8\text{ }\mu\text{m}$.
5. Pigmentsammensetning ifølge krav 4, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet har en d_{50} på mindre enn $0,7\text{ }\mu\text{m}$.
6. Pigmentsammensetning ifølge et hvilket som helst av de foregående krav, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet har en d_{50} på mindre enn $0,2\text{ }\mu\text{m}$.
7. Pigmentsammensetning ifølge et hvilket som helst av krav 1 til 3, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet har en d_{50} mellom $0,25\text{ }\mu\text{m}$ og $0,45\text{ }\mu\text{m}$.
8. Pigmentsammensetning ifølge krav 2, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet har en partikkelstørrelsesfordeling slik at minst 93 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn $2\text{ }\mu\text{m}$, minst 86 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn $1\text{ }\mu\text{m}$, minst 22 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn $0,5\text{ }\mu\text{m}$, mellom 5 og 25 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn $0,25\text{ }\mu\text{m}$.
9. Pigmentsammensetning ifølge krav 8, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet har en median ekvivalent partikkeldiameter fra $0,4\text{ }\mu\text{m}$ til $0,6\text{ }\mu\text{m}$.

10. Pigmentsammensetning ifølge krav 3, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet har en partikkelstørrelsesfordeling slik at minst 90 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn 2 μm , minst 75 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn 1 μm , minst 60 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn 0,5 μm , mellom 15 og 40 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn 0,25 μm .
11. Pigmentsammensetning ifølge krav 3, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet har en partikkelstørrelsesfordeling slik at minst 95 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn 2 μm , minst 82 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn 1 μm , minst 66 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn 0,5 μm , mellom 23 og 33 vekt% av partiklene har en ekvivalent sfærisk diameter mindre enn 0,25 μm .
12. Pigmentsammensetning ifølge ethvert av de foregående krav, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet har en GE-pulverlyshet på minst 90.
13. Pigmentsammensetning ifølge krav 12, hvori det utfelte kalsiumkarbonatet har en GE-pulverlyshet på minst 92.
14. Pigmentsammensetning ifølge ethvert av de foregående krav, hvori kaolinleiren har en formfaktor større enn 25.
15. Pigmentsammensetning ifølge krav 14, hvori kaolinleiren har en formfaktor større enn 30.
16. Pigmentsammensetning ifølge krav 15, hvori kaolinleiren har en formfaktor større enn 35.
17. Pigmentsammensetning ifølge krav 16, hvori kaolinleiren har en formfaktor større enn 45.
18. Pigmentsammensetning ifølge ethvert av de foregående krav, hvori kaolinleiren har en d_{50} mindre enn 0,5 μm .
19. Pigmentsammensetning ifølge ethvert av de foregående krav 1 til 17, hvori kaolinleiren har en d_{50} som går fra 0,1 μm til 0,5 μm .

20. Pigmentsammensetning ifølge ethvert av de foregående krav 1 til 17, hvori kaolinleiren har en d_{50} større enn $0,5\ \mu\text{m}$.
21. Pigmentsammensetning ifølge ethvert av de foregående krav 1 til 17, hvori kaolinleiren har en d_{50} som går fra $0,5\ \mu\text{m}$ til $1,5\ \mu\text{m}$.
- 5 22. Pigmentsammensetning ifølge ethvert av de foregående krav, hvori kaolinleiren har en steilhet mellom 25 og 45.
23. Pigmentsammensetning ifølge krav 22, hvori kaolinleiren har en steilhet mellom 35 og 45.
- 10 24. Pigmentsammensetning ifølge ethvert av de foregående krav, hvori kaolinleiren inneholder minst 50 vekt% kaolinitt.
25. Pigmentsammensetning ifølge krav 24, hvori kaolinleiren inneholder mer enn 75 vekt% kaolinitt.
26. Pigmentsammensetning ifølge krav 25, hvori kaolinleiren inneholder mer enn 90 vekt% kaolinitt.
- 15 27. Pigmentsammensetning ifølge ethvert av de foregående krav, hvori kaolinleiren har en GE-pulverlyshet på minst 85.
28. Pigmentsammensetning ifølge krav 27, hvori kaolinleiren har en GE-pulverlyshet på minst 90.
- 20 29. Bstrykningssammensetning omfattende en vandig suspensjon av et partikulært pigment sammen med et bindemiddel, hvori det partikulære pigmentet omfatter:
- (a) et utfelt kalsiumkarbonat bestående hovedsakelig av aragonitt eller romboedriske partikkelformer, og
- (b) en behandlet partikulær vandig kaolinleire med en formfaktor større enn eller
25 lik 25 og en steilhet større enn eller lik 20.
30. Bstrykningssammensetning ifølge krav 29, hvori bindemiddelet omfatter en modifisert stivelse.

31. Bestrykningssammensetning ifølge krav 29 eller 30, ytterligere omfattende: en eller flere fornettere; ett eller flere vannretensjonsmidler; en eller flere viskositetsmodifiserere og/eller fortykkere; ett eller flere smøre-/kalendreringsmidler; ett eller flere dispergeringsmidler; en eller flere antiskum/skumdempere; 5 ett eller flere tørr- eller våt pick forbedringsmidler; ett eller flere tørr- eller våt-gnidningsforbedring- og/eller slitetstandsmidler; ett eller flere glansblekk hold-out-additiver; ett eller flere optiske lyshetsmidler (OBA) og/eller fluorescerende hvitemidler (FWA); ett eller flere fargestoff; ett eller flere fett og oljemotstands- midler; ett eller flere vannmotstandsmidler; ett eller flere tilleggspigmenter; eller 10 enhver kombinasjon derav.
32. Bestrykningssammensetning ifølge krav 29, bestående hovedsakelig av en vandig suspensjon av det partikulære pigmentet, bindemiddelet og valgfritt tilleggsgredienser valgt fra ingrediensene angitt i krav 31, med mindre enn omtrent 10 vekt% av andre komponenter.
- 15 33. Fremgangsmåte for å fremstille en bestrykningssammensetning ifølge krav 29, som omfatter å blande det partikulære pigmentet og bindemiddelet i et vandig væskemedium for å fremstille en suspensjon av faststoffkomponentene deri.
34. Fremgangsmåte for å fremstille et bestrøket glanset papir som omfatter å påføre til papiret en sammensetning ifølge ethvert av kravene 29 til 32 for å 20 bestryke papiret, og kalendrere papiret for å danne en glansbestrykning derpå.
35. Papir bestrøket med en glansbestrykning som er den tørre resten av en sammensetning ifølge ethvert av kravene 29 til 32.
36. Papir ifølge krav 35, som er et bestrøket mekanisk papir.
37. Papir ifølge krav 35, som er et bestrøket lettvektbestrøket papir (LWC).