



FI000090758B

(B) (11) KUULUTUSJULKAISU  
UTLAGGNINGSSKRIFT

90758

C (45) Patentti myönnetty  
Patent meddelat 22.07.1988

(51) Kv.1k.5 - Int.cl.5

C 01F 11/46, C 09C 1/02

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus  
Patent- och registerstyrelsen

|                                                                                            |          |
|--------------------------------------------------------------------------------------------|----------|
| (21) Patenttihakemus - Patentansökning                                                     | 880113   |
| (22) Hakemispäivä - Ansökningsdag                                                          | 12.01.88 |
| (24) Alkupäivä - Löpdag                                                                    | 12.01.88 |
| (41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig                                                  | 22.07.88 |
| (44) Nähtäväsipanon ja kuul.julkaisun pvm. -<br>Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad | 15.12.93 |
| (32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet                                                       |          |
| 21.01.87 GB 8701263 P                                                                      |          |

(71) Hakija - Sökande

1. ECC International Limited, St. Austell, Cornwall PL25 4DJ, United Kingdom, (GB)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Riley, Peter William, 2 Westbourne Drive, St. Austell, Cornwall, United Kingdom, (GB)  
2. Jepson, Walter Brian, 14 Pennor Drive, St. Austell, Cornwall, United Kingdom, (GB)

(74) Asiamies - Ombud: Keijo Heinonen Oy

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä hienojakoisen kalsiumsulfaatin muodostamiseksi  
Förfarande för bildande av finfördelat kalciumsulfat

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

FI C 67568 (C 09C 1/02), FI C 65552 (B 02C 17/16)

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Menetelmä korkean kiintoainepitoisuuden maa-alkalimetalliyhdistevesisuspension muodostamiseksi. Tuodaan esiin menetelmä kalsiumsulfaatin valmistamiseksi, jolla on hiukkaskokojakautuma sellainen, että vähintään 50 paino-%:lla hiukkasista on ekvivalentti pallohalkaisija pienempi kuin 2 µm menetelman koostuessa seuraavista vaiheista:

a) suhteellisesti karkean kalsiumsulfaatin sekoittaminen veden kanssa vesisuspension muodostamiseksi, joka sisältää 5:sta 45 paino-%:in kuiva-ainetta;

b) kalsiumsulfaatin hienontaminen vaiheessa (a) muodostetussa suspensiossa sekoittamalla seoksessa erityisen jauhinmateriaalin kanssa, siihen asti kun kalsiumsulfaatin hiukkaskokojakautuma on sellainen, että vähintään 50 paino-%:lla hiukkasista on ekvivalentti pallohalkaisija pienempi kuin 2 µm;

c) vaiheessa (b) muodostetun jauhetun kalsiumsulfaatin vesisuspension erottaminen erityisestä jauhinmateriaalista; ja

d) vesisuspension vedenpoisto painesuodattimella paineessa vähintään 3,45 MPa (500 lbs/in<sup>2</sup>); ja jolloin vaiheet (a):sta (d):hen hoidetaan ilman dispergointiainetta. Kuvataan myös menetelmä hienojakoisen kalsiumsulfaattivesisuspension valmistamiseksi.

Process för att framställa en koncentrerad vattensuspension av en alkalisk jordmetallforening. Det beskrivs en process för att framställa kalciumsulfat, som har en sådan partikelstorleksfördelning, att åtminstone 50 vikt-% av partiklarna har en ekvivalent sfarisk diameter mindre än  $2\text{ }\mu\text{m}$ , vilken process består av följande skeden:

(a) blandning av en relativt grov kalciumsulfat med vatten för att framställa en vattensuspension, som innehåller 5 - 45 vikt-% torramne;

(b) finfördelning av kalciumsulfat i den i skedet (a) framställda suspensionen genom att blanda suspensionen tillsammans med malningsmedlet tills kalciumsulfatens partikelstorleksfördelning är sådan, att åtminstone 50 vikt-% av partiklarna har en ekvivalent sfarisk diameter mindre än  $2\text{ }\mu\text{m}$ ;

(c) separering av den i skedet (b) framställda malda kalciumsulfatens vattensuspension från det speciella malningsmedlet; och

(d) Avvattning av vattensuspensionen med pressfilter med ett tryck av åtminstone 3,45 MPa; och när skedena (a) till (d) utförs utan disperingsmedel. Det beskrivs också en process för att framställa en finfördelad kalciumsulfatvattensuspension.

## MENETELMÄ HIENOJAKOISEN KALSIUMSULFAATIN MUODOSTAMISEKSI

Tämä keksintö koskee menetelmää hienojakoisen kalsiumsulfaa-  
tin valmistamiseksi, ja menetelmää hienojakoisen kalsiumsul-  
faattivesisuspension valmistamiseksi.

Aiottaessa käyttää kalsiumsulfaattia pigmenttinä paperin  
päälystysaineseoksissa tai vesipohjaisissa maaleissa on toi-  
vottavaa, että kyetään saamaan vähintään 60 paino-% sisältä-  
vä, edullisesti vähintään 65 paino-% tai vielä edullisemmin  
vähintään 70 paino-% kalsiumsulfaattia sisältävä vesisuspen-  
sio, ja kalsiumsulfaatin hiukkaskokojakautuman pitäisi olla  
sellainen, että vähintään 50 paino-%:lla hiukkasista on ekvi-  
valentti pallohalkaisija pienempi kuin  $2\text{ }\mu\text{m}$ .

Kalsiumsulfaattia on saatavissa luonnosta tai usein kemialli-  
sen reaktion sivutuotteena synteettisesti, joko suurehkojen  
kokkareiden tai suhteellisen karkeiden rakeiden muodossa ja  
materiaalia on tarpeellista jauhaa edellä esitetyn lopullisen  
hiukkaskokojakautuman aikaansaamiseksi. Tämä jauhatus on  
yleisimmin suoritettu suhteellisen korkean kiintoainepitoi-  
suuden vesisuspensioissa, so. vähintään 65 paino-%:n kuiva-  
aineessa. Kuitenkin tämän alueen kiintoainepitoisuuksissa  
maa-alkalimetalliyhdisteiden vesisuspensiot ovat yleisesti  
korkeita viskositeettiltaan, koska kiintoainehiukkaset voivat  
varautua sähköisesti joko positiivisesti tai negatiivisesti  
johtaen hiukkasten väliseen attraktioon flokkuloituneen ra-  
kenteen muodostuessa. Siksi dispergointiainetta täytyy lisätä  
ennen jauhatusta tasaisen sähkövarauksen saamiseksi tavalli-  
sesti negatiivisen varauksen hiukkasille niin, että ne hylki-  
vät toisiaan ja pysyvät erillisinä hiukkasina.

Lisäksi kalsiumsulfaatin dihydraatti on vesiliukoinen liukoi-  
suuden ollessa 2,4 g/l lämpötilassa 25 °C. Liuoksessa kal-  
siumionit muodostavat komplekseja polyelektrolyyttidisper-  
gointiaineen kanssa ja tekevät sen inaktiiviseksi ja siksi  
jauhettaessa kalsiumsulfaattia on ollut tarpeellista käyttää  
dispergointiainetta, joka toimii myös suojakolloidina esimer-

kiksi hydrofiilinen polymeeriaine. Karboksimeetyyliselluloosa ja tärkkelysfosfaatit ovat kaksi tämän tyyppin dispergointiaine-esimerkkiä. Kun jauhatus hienoon hiukkaskokoon suoritetaan korkeassa kiintoainepitoisuudessa, jauhatuksen synnyttämä lämpö ja mekaaninen leikkausvaikutus pyrkivät hajottamaan dispergointiainetta, niin että on tarpeellista käyttää korkeata dispergointiaineen alkuannostusta, joka huomattavasti nostaa prosessin kustannusta. Kuitenkin käytettäessä korkeata dispergointiaineen alkuannostusta on yleistä, että jauhatuksen jälkeen jää jäljelle dispergointiaineen määrä ja tämä aiheuttaa ongelmia vesisuspension vedenpoistossa. Täten kalsiumsulfaattilla ei ole mahdollista saada riittävän kuivaa kakkua mekaanisella vedenpoistolla yksistään ja on tarpeellista jälkeinpäin kuivata kakku lämpöenergialla. Lämpökuivauksen aikana hienoksi jauhetuista hiukkasista pyrkii muodostumaan kovia aggregaatteja täten tehden tuotteen todellista karkeammaksi. Lisäksi kalsiumsulfaatin dihydraattitapauksessa, jos kuivaaminen lämmittämällä suoritetaan lämpötilan 70 °C yläpuolella, jonkin verran kidevettä poistuu ja kalsiumsulfaatti ainakin osittain muuttuu vähemmän hydratoituun muotoon. Mekaanisen vedenpoiston lisähaitta on se, että tuotettu kakku on märkä ja tarttuva ja siksi vaikea käsitellä.

Tämän keksinnön ensimmäisen piirteen mukaan on tuotu käyttöön prosessi kalsiumsulfaatin valmistamiseksi niin, että kalsiumsulfaatin hiukkaskokojakautumassa on vähintään 50 paino-%:lla hiukkasista ekvivalentti pallohalkaisija pienempi kuin 2  $\mu\text{m}$  menetelmän koostuessa seuraavista vaiheista:

a) karkean kalsiumsulfaatin sekoittaminen veden kanssa vesisuspension muodostamiseksi, joka sisältää 5:stä 45 paino-%:in kuiva-ainetta;

b) karkean kalsiumsulfaatin hienontaminen vaiheessa (a) muodostetussa suspensiossa sekoittamalla seoksessa erityisen jauhinhin materiaalin kanssa, siihen asti kun kalsiumsulfaatin

hiukkaskokojakautuma on sellainen, että vähintään 50 paino-%:lla hiukkasista on ekvivalentti pallohalkaisija pienempi kuin  $2\text{ }\mu\text{m}$ ;

c) vaiheessa (b) muodostetun jauhetun kalsiumsulfaatin vesisuspension erottaminen erityisestä jauhinmateriaalista; ja

d) vesisuspension vedenpoisto painesuodattimella paineessa vähintään 3,45 MPa (500 lbs/in<sup>2</sup>); ja jolloin vaiheet (a):sta (d):hen hoidetaan ilman dispergointiainetta.

Tämän keksinnön toisen piirteen mukaan on tuotu käyttöön menetelmä vähintään 60 paino-% kalsiumsulfaattia sisältävän vesisuspension valmistamiseksi kalsiumsulfaatin hiukkaskokojakautuman ollessa sellainen, että vähintään 50 paino-%:lla hiukkasista on ekvivalentti pallohalkaisija pienempi kuin  $2\text{ }\mu\text{m}$  menetelmän koostuessa seuraavista vaiheista:

a) karkean kalsiumsulfaatin sekoittaminen veden kanssa vesisuspension muodostamiseksi, joka sisältää 5:stä 45 paino-%:in kuiva-ainetta;

b) karkean kalsiumsulfaatin hienontaminen vaiheessa (a) muodostetussa suspensiossa sekoittamalla suspensiota seoksessa erityisen jauhinmateriaalin kanssa, siihen asti kun kalsiumsulfaatin hiukkaskokojakautuma on sellainen, että vähintään 50 paino-%:lla hiukkasista on ekvivalentti pallohalkaisija pienempi kuin  $2\text{ }\mu\text{m}$ ;

c) vaiheessa (b) muodostetun jauhetun kalsiumsulfaatin vesisuspension erottaminen erityisestä jauhinmateriaalista; ja

d) vesisuspension vedenpoisto painesuodattimella vähintään paineessa 3,45 MPa (500 lbs/in<sup>2</sup>); ja

e) vaiheessa (d) vedenpoiston läpikäyneen tuotteen sekoittaminen riittävän dispergointiainemäärän kanssa muuttamaan

vedenpoiston läpikäyneen tuotteen juoksevaksi suspensioksi; ja jolloin vaiheet (a):sta (d):hen hoidetaan ilman dispergointiainetta.

Tämän keksinnön mukainen menetelmä on erityisen sopiva korkean kiintoainepitoisuuden omaavan kalsiumsulfaattivesisuspension valmistamisessa koska vältetään dispergointiaineen olemassaolo hienonnus- ja vedenpoistovaiheissa.

Korkea paine vedenpoistovaiheessa vaaditaan, jotta saadaan käyttöön kakku, joka on riittävän kova ja ei-tarttuva menestyksellistä käsittelyä varten. Jos jotakin dispergointiainetta olisi mukana vedenpoistovaiheen (d) aikana, tämä pyrkisi lisäämään minkä tahansa painesuodattimella muodostetun kakun juoksevuutta ja siksi se voisi tehdä tehottomaksi vaiheessa (d) käytetyn korkean paineen. Jos vesisuspension kiintoainepitoisuuden on oltava välillä 60 - 65 paino-%, pidetään edullisena, että kalsiumsulfaatti on erittäin hienoa, olennaisesti kaikkien hiukkasten ekvivalentti pallohalkaisija on pienempi kuin 2  $\mu\text{m}$ .

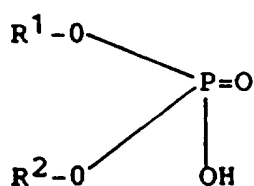
Ennen vaihetta (a) kalsiumsulfaatti murskataan materiaalin pienentämiseksi halkaisijaltaan noin 150 mm:n suurista kokkeista rakeihin, joiden halkaisija on pienempi kuin n. 15 mm. Nämä kooltaan keskikokoiset rakeet voidaan sitten sekoittaa veden kanssa suspension muodostamiseksi, joka sisältää 5 - 45 paino-% kuiva-ainetta, ja joka esijauhetaan vaiheessa, jossa suspensiota sekoitetaan lujaa jauhinmateriaalin kanssa, joka koostuu pienistä pelleteistä tai teräskuulista tai keraamisesta materiaalista. Tämä esijauhatusvaihe on suoritettu edullisesti olosuhteissa, niin että jauhettu tuote sisältää valtaosaltaan rakeita, jotka ovat hienompia kuin nimellisaukoltaan 0,053 mm:n (n:o 300 mesh B.S.) seula. Esijauhatuksessa käytettyjen jauhinkappaleiden halkaisijat ovat edullisesti noin välillä 5 - 25 mm ja edullisimmillaan noin välillä 10 -

15 mm. Esijauhatusvaihe voidaan suorittaa suljetussa piirissä raekoon luokituslaitteen kanssa kuten hydrosyklonin kanssa, joka palauttaa riittämättömästi jauhautuneen materiaalin myllyyn. Edullisesti vaiheessa (a) käytetyn kalsiumsulfaatin rakeiden halkaisija pitäisi olla pienempi kuin noin 1 mm, edullisimmin pienempiä kuin 60  $\mu\text{m}$ .

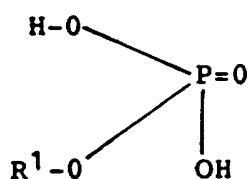
Vaiheessa (b) erityiset jauhinkappaleet koostuvat edullisesti partikkeleista, jotka eivät ole suurempia kuin 5 mm eivätkä ole pienempiä kuin 0,25 mm. Jauhinkappaleet pitäisi valmistaa kovemmasta aineesta kuin jauhettava kalsiumsulfaatti; esimerkiksi ne voivat koostua kvartsihiekan lähes pallomaisista partikkeleista tai pienistä helmistä tai keraamisista pienistä palloista. Jauhatus voidaan konventionaalisesti suorittaa sekoittamalla kalsiumsulfaatin vesisuspensio ja erityinen jauhinkappalemateriaali astiassa, joka on varustettu vertikaaliakselin keskelle asennetulla sekoittimella ja astian reunaan asennetulla seulalla, joka antaa riittävästi jauhautuneiden hiukkasten kulkea lävitsensä jättäen karkeammat hiukkaset astiaan. Erityisen jauhinkappalemateriaalin sisältämien pienimpien rakeiden halkaisija on tavallisesti noin kaksi kertaa seulan aukon koko. Vaiheen (b) jauhatuksen aikana on edullista, että energiankulutus on vähintään 400 kJ kuiva-ainekiloa kohti. Edullisemmin pitäisi kulutuksen olla vähintään 700 kJ kiloa kohti.

Vaiheessa (c) korkeapaine painesuodatin on edullisesti putkipainesuodatin, jonka malli on esitetty esimerkiksi BP-patenttijulkaisuissa n:ot 1240465, 1582957 tai 2072032; vaihtoehtoisesti korkeapaine painesuodatinta, jonka malli on esitetty esimerkiksi BP-patenttijulkaisussa n:o 1389003, voidaan käyttää. On toivottavaa tuottaa kalsiumsulfaattikakku, joka ei sisällä enempää kuin 25 paino-% vettä niin, että kakku ei ole tarttuvaa eikä vaikeasti käsiteltävää. Tähän tarkoitukseen on edullista käyttää painesuodatinta paineessa, joka on vähintään 6,89 MPa (1000 lbs/in<sup>2</sup>), edullisemmin vähintään 10,3 MPa:n (1500 lbs/in<sup>2</sup>) paineessa.

Vaiheessa (e) edullinen dispergointiaine pitäisi olla suoja-kolloidityyppinen esimerkiksi selluloosajohdannainen kuten natriumkarboksimeetyyliselluloosa tai tärkkelysjohdannainen kuten tärkkelysfosfaatti tai vaihtoehtoisesti tyyppin A tai tyyppin B fosfaattiesteri kuten esitetty alla:



Tyyppi A



Tyyppi B

jossa  $\text{R}^1$  ja  $\text{R}^2$ , jotka voivat olla samat tai erilaiset, voivat olla alkyyli-ryhmä, aryyli-ryhmä tai aralkyyli-ryhmä. Edullisesti alkyyli-, aryyli- tai aralkyyli-ryhmä eivät sisällä enempää kuin 10 hiiliatomia.

Käytetty dispergointiainemäärä on yleensä alueella 0,05 - 5 paino-% pohjautuen kuivan kalsiumsulfaatin painoon. Kuitenkin vaadittu määrä on edullisesti alueella 1 - 5 paino-% pohjautuen kuivan yhdisteen painoon.

Keksintöä kuvataan seuraavalla esimerkillä.

#### Esimerkki

Rikkihapolla liuotetun fosfaattipitoisen kiven menetelmässä lannoitteiden valmistuksessa syntynyt välituote fosfokipsimateriaali koostui kalsiumsulfaatin dihydraatti-kiteistä. Kiteinen materiaali sekoitettiin veden kanssa ilman dispergointiainetta lietteen muodostamiseksi, joka sisälsi n. 40 paino-% kuiva-ainetta, johdettiin jauhatuskammioon, jossa oli jauhinkappalemateriaalina halkaisijaltaan 12,5 mm:n ei-metal-

lisiä jauhinkappalepaloja. Liete sekoitettiin pienien palojen kanssa keskellä vertikaaliakselia pyörivän potkurin avulla riittävän ajan niin, että oleellisesti kaikkien tuotteen sisältämien hiukkasten halkaisija oli pienempi kuin 53  $\mu\text{m}$ . Jauhetuista hiukkasista 20 paino-%:lla ekvivalentti pallohalkaisija havaittiin olevan pienempi kuin 2  $\mu\text{m}$ .

Palajauhetun materiaalin suspensio laimennettiin vedellä noin 30 paino-%:n kiintoainepitoisuuteen ja laimennettu suspensio johdettiin jauhatuskammioon, joka sisälsi jauhinkappalemateriaalina kvartsihiekkarakeita, joiden halkaisijat olivat alueella 0,5 - 1,0 mm. Jauhatuskammion sisältö sekoitettiin keskellä vertikaaliakselia pyörivän potkurin avulla ja näytteet jauhetuista tuotteista kaadettiin 0,053 mm:n (n:o 300 meshin B.S.) seulan läpi niiden aikojen jälkeen, joina oli kulutettu suspendointiin energiaa vastaavasti 144 kJ, 360 kJ, 432 kJ ja 720 kJ kuiva-ainekiloa kohti. Hiukkasten, joiden ekvivalentti pallohalkaisija oli pienempi kuin 2  $\mu\text{m}$ , painosuus määritettiin jauhetun tuotteen jokaiselle näytteelle.

Vertailuksi saman fosfokipsin lisäpanos sekoitettiin veden kanssa lietteen muodostamiseksi, joka sisälsi noin 70 paino-% kuiva-ainetta, johon lisättiin myös 1,5 paino-% kuiva-aineen painosta natriumkarboksimeetyyliselluloosadispergointiainetta kalsiumsulfaattia varten. Liete palajauhettiin ensiksi edellä kuvatulla tavalla niin, että pääosiltaan kaikkien tuotteen sisältämien hiukkasten halkaisijat olivat pienempiä kuin 53  $\mu\text{m}$ . Palajauhetun tuotteen suspensio laimennettiin sitten vedellä kiintoainepitoisuuteen 65 paino-% ja lisäjauhettiin kvartsihiekkaa jauhainmateriaalina käyttäen edellä esitetyllä tavalla. Näytteet kaadettiin n:o 300 meshin B.S. (0,053 mm) seulan läpi niiden aikojen jälkeen, joina oli kulutettu suspendointiin energiaa vastaavasti 144 kJ, 360 kJ, 432 kJ, 720 kJ ja 1440 kJ kuiva-ainekiloa kohti. Nämä näytteet testattiin sitten hiukkasten, joilla ekvivalentti pallohalkaisija oli pienempi kuin 2  $\mu\text{m}$ , painosuuden selvittämiseksi.

Saadut tulokset esitetään alla olevassa taulukossa 1:

TAULUKKO 1.

| Suspendointiin<br>kulutettu<br>energia | paino-% hienompia kuin $2\ \mu\text{m}$ e.p.h.<br>jauhettu kiintoainepitoisuudessa |            |
|----------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|------------|
|                                        | 30 paino-%                                                                         | 65 paino-% |
| <hr/>                                  |                                                                                    |            |
| kJ/kg                                  |                                                                                    |            |
| 144                                    | 51                                                                                 | 48         |
| 360                                    | 88                                                                                 | 65         |
| 432                                    | 94                                                                                 | 79         |
| 720                                    | 95                                                                                 | 94         |
| 1440                                   | —                                                                                  | 95         |

Nämä tulokset osoittavat, että toisessa jauhatusvaiheessa aikaansaatu tuotteen hienousaste voidaan saavuttaa pienemmällä energiamäärän kulutuksella, jos jauhatus suoritetaan suhteellisen alhaisen kiintoainepitoisuuden suspensiossa (tässä esimerkissä kiintoainepitoisuudessa 30 paino-% mieluummin kuin 65 paino-%:n kiintoainepitoisuudessa).

Kolmella eri energiatasolla, 30 paino-%:n kiintoainepitoisuudessa jauhetuista materiaalinäytteistä poistettiin vesi korkeapaine laboratoriopainesuodattimella 0,83 MPa:n, 3,45 MPa:n, 6,89 MPa:n, 10,34 MPa:n ja 13,79 MPa:n paineissa vastaavasti ja muodostetun suodatinkakun vesipitoisuus mitattiin jokaisessa tapauksessa.

Saadut tulokset on esitetty alla olevassa taulukossa 2:

TAULUKKO 2

| Energia<br><br>kJ/kg | Kakun vesipitoisuus eri paineissa |      |      |       |       |
|----------------------|-----------------------------------|------|------|-------|-------|
|                      | MPa                               |      |      |       |       |
|                      | 0,83                              | 3,45 | 6,89 | 10,34 | 13,79 |
|                      | Paino-%                           |      |      |       |       |
| 144                  | 30                                | 25   | 20   | 18    | -     |
| 432                  | 34                                | 27   | 25   | 23    | 22    |
| 720                  | 37                                | 31   | 27   | 26    | 24    |

Havaittiin, että suodattimella puristetut kakut, jotka sisälsivät enemmän kuin 30 paino-% vettä, olivat tarttuvia ja vaikeita käsitellä, ja että helpointa käsittelyä varten vesipitoisuudelta vaadittiin, että se ei ollut suurempi kuin 25 paino-%. Siksi voidaan nähdä, että jos kalsiumsulfaattituotteelta vaaditaan, että se sisältää vähintään 90 paino-% hiukasia, joiden ekvivalentti pallohalkaisija on pienempi kuin 2  $\mu\text{m}$ , hienojauhatusvaiheen aikana täytyy kuluttaa vähintään 400 kJ energiaa kiintoainekiloa kohti ja jauhetun suspensiotuotteen vedenpoisto täytyy suorittaa vähintään 6,89 MPa:n (1000 psi) paineessa.

## PATENTTIVAATIMUKSET

1. Menetelmä kalsiumsulfaatin valmistamiseksi, jolla on hiukkaskokojakautuma sellainen, että vähintään 50 paino-%:lla hiukkasista on ekvivalentti pallohalkaisija pienempi kuin  $2\text{ }\mu\text{m}$ , t u n n e t t u siitä, että menetelmä koostuu seuraavista vaiheista:

a) karkean kalsiumsulfaatin sekoittaminen veden kanssa vesisuspension muodostamiseksi, joka sisältää 5:stä 45 paino-%:in kuiva-ainetta;

b) karkean kalsiumsulfaatin hienontaminen vaiheessa (a) muodostetussa suspensiossa sekoittamalla seoksessa erityisen jauhinmateriaalin kanssa, siihen asti kun kalsiumsulfaatin hiukkaskokojakautuma on sellainen, että vähintään 50 paino-%:lla hiukkasista on ekvivalentti pallohalkaisija pienempi kuin  $2\text{ }\mu\text{m}$ ;

c) vaiheessa (b) muodostetun jauhetun kalsiumsulfaatin vesisuspension erottaminen erityisestä jauhinmateriaalista; ja

d) vesisuspension vedenpoisto painesuodattimella paineessa vähintään 3,45 MPa (500 lbs/in<sup>2</sup>); ja jolloin vaiheet (a):sta (d):hen hoidetaan ilman dispergointiainetta.

2. Menetelmä vähintään 60 paino-% kalsiumsulfaattia sisältävän vesisuspension valmistamiseksi kalsiumsulfaatin hiukkaskokojakautuman ollessa sellainen, että vähintään 50 paino-%:lla hiukkasista on ekvivalentti pallohalkaisija pienempi kuin  $2\text{ }\mu\text{m}$ , t u n n e t t u siitä, että menetelmä koostuu seuraavista vaiheista:

a) karkean kalsiumsulfaatin sekoittaminen veden kanssa vesisuspension muodostamiseksi, joka sisältää 5:stä 45 paino-%:in kuiva-ainetta;

b) karkean kalsiumsulfaatin hienontaminen vaiheessa (a) muodostetussa suspensiossa sekoittamalla suspensiota seoksessa erityisen jauhinmateriaalin kanssa, siihen asti kun kalsiumsulfaatin hiukkaskokojakautuma on sellainen, että vähintään 50 paino-%:lla hiukkasista on ekvivalentti pallohalkaisija pienempi kuin  $2\text{ }\mu\text{m}$ ;

c) vaiheessa (b) muodostetun jauhetun kalsiumsulfaatin vesisuspension erottaminen erityisestä jauhinmateriaalista; ja

d) vesisuspension vedenpoisto painesuodattimella vähintään paineessa  $3,45\text{ MPa}$  ( $500\text{ lbs/in}^2$ ); ja

e) vaiheessa (d) vedenpoiston läpikäyneen tuotteen sekoittaminen riittävän dispergointiainemäärän kanssa muuttamaan vedenpoiston läpikäyneen tuotteen juoksevaksi suspensioksi; ja jolloin vaiheet (a):sta (d):hen hoidetaan ilman dispergointiainetta.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vaiheessa (a) kalsiumsulfaatti koostuu rakeista, jotka ovat pienempiä kuin  $1\text{ mm}$ .

4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vaiheessa (a) kalsiumsulfaatti koostuu rakeista, joiden halkaisija on pienempi kuin noin  $60\text{ }\mu\text{m}$ .

5. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vedenpoistovaihe suoritetaan vähintään  $6,89\text{ MPa:n}$  ( $1000\text{ lbs/in}^2$ ) paineessa.

6. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vedenpoistovaihe suoritetaan vähintään  $10,3\text{ MPa:n}$  ( $1500\text{ lbs/in}^2$ ) paineessa.

7. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vähintään 400 kJ energiaa kuiva-ainekiloa kohti kulutetaan jauhatusvaiheen (b) aikana.

8. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vesisuspensio vaiheessa (a) sisältää 20:sta 40 paino-%:iin kuiva-ainetta.

9. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että erityinen jauhinmateriaali koostuu partikkeleista, jotka eivät ole suurempia kuin 5 mm eivätkä pienempiä kuin 0,25 mm.

10. Patenttivaatimuksen 2 tai minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen 3:sta 9 :ään, kun liittyy vaatimukseen 2, mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että dispergointiaine on suojakolloidityyppejä.

11. Patenttivaatimuksen 2 tai minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen 3:sta 10:een, kun liittyy vaatimukseen 2, mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että juoksevan suspension kuiva-ainepitoisuus on vähintään 65 paino-%.

## PATENTKRAV

1. En metod för framställning av kalciumsulfat med en sådan partikelstorleksfördelning att minst 50 vikt-% av partiklarna innehar en ekvivalent sfärisk diameter på mindre än  $2\text{ }\mu\text{m}$ , k ä n n e t e c k n a d av att metoden består av följande faser:

a) blandning av grovt kalciumsulfat med vatten till en vattensuspension som innehåller mellan 5 och 45 vikt-% torrsubstans;

b) finfördelning av grovt kalciumsulfat i suspensionen framställd i fas (a) genom att blanda suspensionen i en blandning med ett speciellt malningsmedel tills partikelstorleksfördelningen i kalciumsulfatet är sådan att minst 50 vikt-% av partiklarna innehar en ekvivalent sfärisk diameter på mindre än  $2\text{ }\mu\text{m}$ ;

c) separering av den vattensuspension av mald kalciumsulfat som framställts i fas (b) från det speciella malningsmedlet; och

d) avvattnning av vattensuspensionen med pressfilter under ett tryck som är minst  $3,45\text{ MPa}$  ( $500\text{ lbs/in}^2$ ); varvid faserna från (a) till (d) utförs utan dispersionsmedel.

2. En metod för framställning av en vattensuspension innehållande åtminstone 60 vikt-% kalciumsulfat varvid partikelstorleksfördelningen hos kalciumsulfatet är sådan att minst 50 vikt-% av partiklarna innehar en ekvivalent sfärisk diameter som är mindre än  $2\text{ }\mu\text{m}$ , k ä n n e t e c k n a d av att metoden består av följande faser:

a) blandning av grovt kalciumsulfat med vatten för att bilda en vattensuspension som innehåller mellan 5 och 45 vikt-% torrsbstans;

b) finfördelning av det kalciumsulfat som befinner sig i den suspension som framställts i fas (a), genom att blanda suspensionen i blandning med ett speciellt malningsmedel tills partikelstorleksfördelningen i kalciumsulfatet är sådan att minst 50 vikt-% av partiklarna innehar en ekvivalent sfärisk diameter som är mindre än  $2\text{ }\mu\text{m}$ ;

c) separering av den vattensuspension av kalciumsulfat som framställts i fas (b) från det speciella malningsmedlet; och

d) avvattning av vattensuspensionen med pressfilter vid trycket  $3,45\text{ MPa}$  ( $500\text{ lbs/in}^2$ ); och

e) blandning av den produkt som genomgått avvattning i fas (d) med en tillräcklig mängd dispersionsmedel för att förvandla den produkt som genomgått avvattning till en flytande suspension; varvid faserna från (a) till (d) utförs utan dispersionsmedel.

3. En metod i enlighet med patentkrav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a d av att kalciumsulfatet i fasen (a) utgörs av partiklar vars diameter är mindre än  $1\text{ mm}$ .

4. En metod i enlighet med patentkrav 3, k ä n n e t e c k n a d av att kalciumsulfatet i fas (a) består av partiklar med en diameter på mindre än ca  $60\text{ }\mu\text{m}$ .

5. En metod i enlighet med vilket som helst av ovannämnda patentkrav, k ä n n e t e c k n a d av att avvattningsfasen utförs under minst  $6,89\text{ MPa}$  ( $1000\text{ lbs/in}^2$ ) tryck.

6. En metod i enlighet med vilket som helst av ovannämnda patentkrav, k ä n n e t e c k n a d av att avvattningsfasen utförs under minst  $10,3\text{ MPa}$  ( $1500\text{ lbs/in}^2$ ) tryck.

7. En metod i enlighet med vilket som helst av ovannämnda patentkrav, k ä n n e t e c k n a d av att åtminstone 400 kJ energi konsumeras per kilogram torrsubstans under malningsfasen (b).

8. En metod i enlighet med vilket som helst av ovannämnda patentkrav, k ä n n e t e c k n a d av att vattensuspensionen i fas (a) innehåller mellan 20 och 40 vikt-% torrsubstans.

9. En metod i enlighet med vilket som helst av ovannämnda patentkrav, k ä n n e t e c k n a d av att det speciella malningsmedlet består av partiklar som inte är större än 5 mm och inte mindre än 0,25 mm.

10. En metod i enlighet med patentkrav 2 eller med vilket som helst av patentkrav 3 till 9 när patentkrav 2 fogats därtill, k ä n n e t e c k n a d av att dispersionsmedlet utgörs av ett ämne av skyddskolloidtyp.

11. En metod i enlighet med patentkrav 2 eller med vilket som helst av patentkrav från 3 till 10 när patentkrav 2 tillfogats därtill, k ä n n e t e c k n a d av att koncentrationen torrsubstans i den flytande suspensionen är minst 65 vikt-%.