

ÖZET**GCC VE PCC TİPİ ÇOK İNCE BİRLİKTE ÖĞÜTÜLMÜŞ KALSİYUM KARBONAT
MALZEMESİNİN ÜRETİMİNE İLİŞKİN EKONOMİK İŞLEM, ELDE EDİLEN ÜRÜNLER VE
BUNLARIN KULLANIMI**

- 5 Mevcut buluşun bir amacı, GCC (öğütülmüş kalsiyum karbonat) ve PCC (çökeltilmiş kalsiyum karbonat) içeren kalsiyum karbonat malzemesini elde etmeye yönelik bir işlem sağlamaktır. Malzeme, örneğin kâğıt endüstrisinin birçok alanında kullanım için uygundur.

İSTEMLER

1) Aşağıdakileri içeren, GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali üretme işlemi olup şunları sunmaktadır:

- 5
- % 80'den daha büyük, tercihen % 85'ten büyük, daha fazla tercihen % 90'dan büyük ve daha da tercihen % 95'ten büyük, 1 µm'dan daha ince parçacık oranı
 - 25 m²/g'dan daha düşük BET özgül yüzey alanı

ve aşağıdaki adımları içermesiyle **karakterize edilmektedir**:

- (a) GCC'yi sulu bir süspansiyon halinde sağlama,
- 10 (b) 1 µm'den daha ince parçacıkların oranı % 80'den daha büyük, tercihen % 85'ten büyük, daha çok tercihen % 90'dan büyük ve hatta daha da tercihen % 95'ten büyük olana kadar ve BET özgül yüzey alanı 25 m²/g'dan az olana kadar isteğe bağlı olarak en az başka bir mineral madde ile birlikte GCC ve PCC öğütme,
- 15 (c) isteğe bağlı olarak (b) adımından sonra elde edilen birlikte-öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin elenmesi ve/veya konsantre edilmesi,
- (d) isteğe bağlı olarak (b) veya (c) adımından sonra elde edilen yardımcı öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin kurutulması

2) İstem 1'e göre işlem olup, % 95'ten daha büyük olan 1 µm'dan daha ince parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanının 25 m²/g'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir**.

20

3) İstem 1'e göre işlem olup, % 90'dan daha büyük olan 1 µm'dan daha ince parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanının 20 m²/g'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir**.

- 4) İstem 1'e göre bir işlem olup, % 85'ten daha büyük olan 1 μm 'dan daha ince parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanının 18 m^2/g 'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 5) İstem 1'e göre bir işlem olup, % 80'den daha büyük olan 1 μm 'dan daha ince parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanının 15 m^2/g 'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 6) İstem 1 ile 5'ten herhangi birine göre bir işlem olup (a) adımı, kalsiyum karbonat malzemesinin sağlanmasıyla sulu süspansiyon olarak sağlanması ve bu sulu süspansiyonun % 20 ile % 80, tercihen % 50 ile % 75 ve en çok tercihen % 50 ile % 70 oranında katı madde içeriğine sahip olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 7) İstem 1 ile 6'dan herhangi birine göre bir işlem olup (c) adımının gerçekleştirilmesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 8) İstem 1 ile 7'den herhangi birine göre bir işlem olup (d) adımının gerçekleştirilmesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 9) İstem 1 ile 7'den herhangi birine göre bir işlem olup, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi sulu ortamda gerçekleştirilmiş olup burada kalsiyum karbonat konsantrasyonunun % 20 ile 80 (kuru ağırlıktaki kalsiyum karbonat), tercihen % 50 ile 75 ve en çok tercihen % 50 ile 70 arasında olması ile **karakterize edilmektedir.**
- 10) İstem 1 ile 9'dan herhangi birine göre bir işlem olup % 0 ile 2, tercihen % 0,2 ile 1,4 ve en çok tercihen % 0,5 ile % 1,2 arasında toplam kuru mineral malzemeye göre % ağırlık olarak mevcut olan en az bir dağıtma ve/veya öğütme yardım maddesinin (b) adımı öncesinde, sırasında veya sonrasında ilave edilmesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 11) İstem 1 ile 10'dan herhangi birine göre bir işlem olup, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi, talk, kil, Al_2O_3 , TiO_2 veya bunların karışımları arasından seçilen en az bir başka mineral maddenin varlığında gerçekleştirilmesi ile **karakterize edilmektedir.**

- 12) İstem 11'e göre işlem olup, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin talk, kil veya bunların karışımları arasından seçilen en az bir başka mineral maddenin varlığında gerçekleştirilmesi ile **karakterize edilmektedir.**
- 13) İstem 12'ye göre bir işlem olup, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin talkın varlığında gerçekleştirilmesi ile **karakterize edilmektedir.**
- 14) İstem 12'ye göre bir işlem olup, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin kilin varlığında gerçekleştirilmesi ile **karakterize edilmektedir.**
- 15) İstem 1 ile 14'ten herhangi birine göre bir işlem olup, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 7'nin üzerinde pH'da gerçekleşmesi ile **karakterize edilmektedir.**
- 16) İstem 1 ile 15'ten herhangi birine göre bir işlem olup, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 10'un üzerinde pH'da gerçekleşmesi ile **karakterize edilmektedir.**
- 17) İstem 1 ile 16'dan herhangi birine göre bir işlem olup, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 11'in üzerinde pH'da gerçekleşmesi ile **karakterize edilmektedir.**
- 18) İstem 1 ile 17'den herhangi birine göre bir işlem olup, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi sırasında öğütücü içeriklerinin 60°C'nin üstünde, tercihen 90°C'nin üstünde ve en çok tercihen 100°C'nin üstünde bir sıcaklık artışına tabi tutulmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 19) İstem 1 ile 18'den herhangi birine göre bir işlem olup PCC'nin toplam GCC ve PCC ağırlığına göre ağırlık oranının % 10 ile % 90, tercihen % 20 ile % 80 ve en çok tercihen % 30 ile % 70 arasında olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 20) İstem 1 ile 19'dan herhangi birine göre bir işlem olup (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin, öğütme ortamı olarak keria içeren zirkonyum oksit öğütme boncuklarının mevcudiyetinde gerçekleştirilmesiyle **karakterize edilmektedir**, bu boncuklar şunlara sahiptir;

- söz konusu boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça % 14 ila 20 arasında, tercihen söz konusu boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça % 15 ila 18 arasında en çok tercih edilen şekliyle, söz konusu boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça yaklaşık % 16 arasında keria içeriğine sahiptir ve
- 5
- söz konusu tanecikleri 1 μm 'den az, tercihen 0.5 μm 'den az ve en çok tercihen 0.3 μm 'den az olan taneciklerin sinterlenmesinden sonra ortalama bir tane büyüklüğüne sahiptir.
- 21) İstem 20'ye göre bir işlem olup, boncukların 0,2 ila 1,5 μm , tercihen 0,4 ila 1,0 μm arasında öğütülmeden önce orijinal bir çapa sahip olmaları ile **karakterize edilmektedir.**
- 10
- 22) GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, sulu süspansiyon şeklinde olması ile **karakterize edilmektedir, şunları sunar**
- % 80'den büyük, tercihen %85'ten büyük, daha fazla tercihen % 90'dan büyük ve daha da tercihen % 95'ten büyük, 1 μm 'den ince parçacık oranı
- 15
- 25 m^2/g 'dan daha düşük BET özgül yüzey alanı.
- 23) İstem 22'ye göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, % 95'ten daha büyük olan 1 μm 'dan daha ince parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanının 25 m^2/g 'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 24) İstem 22'ye göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, % 90'dan daha büyük olan 1 μm 'dan daha ince parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanının 20 m^2/g 'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 20
- 25) İstem 22'ye göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, % 85'den daha büyük olan 1 μm 'dan daha ince parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanının 18 m^2/g 'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 25
- 26) İstem 22'ye göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, % 80'den daha büyük olan 1 μm 'dan daha ince parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanının 15 m^2/g 'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir.**

- 27) İstem 22 ila 26'dan herhangi birine göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup ağırlık olarak % 20 ila 80 oranında kalsiyum karbonat materyali, tercihen % 40 ila 75 oranında kuru kalsiyum karbonat materyali ve en fazla tercihen % 60 ila 70 oranında kuru kalsiyum karbonat materyali içermesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 5
- 28) İstem 22 veya 27'den herhangi birine göre ortak öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup GCC ve PCC'nin toplam ağırlığına göre PCC'nin ağırlık oranı, % 10 ila 90, tercihen % 20 ila 80 ve en çok tercih edilen haliyle % 30 ila 70 arasında olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 10
- 29) İstem 22 ila 28'den herhangi birine göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, $d_{30}/d_{70} \times 100$ olarak tanımlanan en az yaklaşık 30, tercihen en az yaklaşık 40 ve en çok tercihen en az yaklaşık 45 olan bir diklik faktörü sunmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 15
- 30) İstem 22 ila 29'dan herhangi birine göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, 0.2 ila 2.0 μm civarında, tercihen 0.2 ila 0.8 μm ve tercihen 0.25 ila yaklaşık 0.45 μm civarında bir d_{50} içermesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 20
- 31) İstem 22 ila 30'dan herhangi birine göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, sulu süspansiyon en az bir dağıtıcı ve/veya öğütücü yardımcı maddesi içerdiği; bu dağıtıcı ve/veya öğütücü yardımcı maddenin toplam kuru mineral maddeye göre % 0 ila % 2, tercihen % 0.2 ila % 1.4 arasında ve en çok tercihen % 0.5 ila 1.2 arasında bir ağırlıkta olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 25
- 32) İstem 22 ila 31'den herhangi birine göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, 40 μm 'lik bir elekten geçen bulamaç suyunun 1000 ppm'den daha az ZrO_2 ve 200 ppm'den daha az CeO_2 içermesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 25
- 33) İstem 22 ila 32'den herhangi birine göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, bulamaç suyunun 4 ila 6,5, tercihen 4,6 ila 5,7 ve en fazla tercihen 5,3 arasında değişen $\text{ZrO}_2/\text{CeO}_2$ ağırlık oranına sahip olmasıyla **karakterize edilmektedir.**

- 34) GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, kuru bir ürün şeklinde olması ile **karakterize edilmektedir**, şunları sunar:
- % 80'den büyük, tercihen % 85'ten büyük, daha fazla tercihen % 90'dan büyük ve daha da tercihen % 95'ten daha büyük, 1 μm 'dan daha ince parçacık oranı
 - 25 m^2/g 'dan daha düşük BET özgül yüzey alanı.
- 35) İstem 34'e göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat maddesi olup, %95'ten fazlası 1 μm 'dan ince olan parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanı 25 m^2/g 'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir**.
- 36) İstem 34'e göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat maddesi olup %90'dan fazlası 1 μm 'dan ince olan parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanı 25 m^2/g 'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir**.
- 37) İstem 34'e göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat maddesi olup %85'den fazlası 1 μm 'dan ince olan parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanı 18 m^2/g 'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir**.
- 38) İstem 34'e göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat maddesi olup % 80'inden daha fazlası 1 μm 'dan ince olan parçacık oranı için, BET özgül yüzey alanı 15 m^2/g 'dan az olmasıyla **karakterize edilmektedir**.
- 39) İstem 34 ile 38'den herhangi birine göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, GCC ve PCC'nin toplam ağırlığına göre PCC'nin ağırlık oranı, % 10 ila 90, tercihen % 20 ila 80 ve en çok tercihen % 30 ila 70 arasında olmasıyla **karakterize edilmektedir**.
- 40) İstem 34 ile 39'dan herhangi birine göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup, $d_{30}/d_{70} \times 100$ olarak tanımlanan en az 30 civarında, tercihen en az 40 civarında ve en çok tercihen en az 45 civarında bir diklik faktörü sunmasıyla **karakterize edilmektedir**.

- 41) İstem 34 ila 40'dan herhangi birine göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup 0.2 civarında ila 2.0 μm civarında, tercihen 0.2 ila 0.8 μm , tercihen 0.25 civarı ila 0.45 μm civarında d_{50} 'ye sahip olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 5 42) İstem 34 ila 41'den herhangi birine göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup 4 ila 6,5, tercihen 4,6 ila 5,7 ve en fazla tercihen 5,3 $\text{ZrO}_2/\text{CeO}_2$ ağırlık oranına sahip olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 43) İstem 21 ila 42'den herhangi birine göre GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin kâğıtta ve özellikle kâğıt kaplamalarında, boyalarda ve plastiklerde kullanılması.

TARİFNAME**GCC VE PCC TİPİ ÇOK İNCE BİRLİKTE ÖĞÜTÜLMÜŞ KALSİYUM KARBONAT
MALZEMESİNİN ÜRETİMİNE İLİŞKİN EKONOMİK İŞLEM, ELDE EDİLEN ÜRÜNLER VE
BUNLARIN KULLANIMI****5 Tarifname**

Mevcut buluşun bir amacı, GCC (öğütülmüş kalsiyum karbonat) ve PCC (çökeltilmiş kalsiyum karbonat) içeren kalsiyum karbonat malzemesini elde etmeye yönelik bir işlem sağlamaktır. Malzeme, örneğin kâğıt endüstrisinin birçok alanında kullanım için uygundur.

- 10 Bu buluşun bir amacı, GCC ve PCC içeren, % 80'den fazlası, tercihen % 85'den fazlası, daha tercihen % 90'dan fazlası ve daha da tercihen % 95'den fazlası 1 μm 'den ince parçacık oranı sunan ve 25 m^2/g 'dan daha az BET spesifik yüzey alanına sahip kalsiyum karbonat malzemesi elde etmeye yönelik bir işlem sağlamaktır.

- 15 1 μm 'den ince parçacıkların oranı % 95'den fazla olduğunda, BET özgül yüzey alanı tercihen 25 m^2/g 'dan azdır. 1 μm 'den ince parçacıkların oranı % 90'dan fazla, % 85'den fazla ve % 80'den fazla olduğunda, BET özgül yüzey alanı, tercihen sırasıyla 20 m^2/g 'dan az, 18 m^2/g 'dan az ve 15 m^2/g 'dan azdır. Böyle bir malzeme, özellikle parlaklık açısından, bu malzemeyle kaplanmış kâğıdın üstün özelliklerine yol açar.

- 20 Aynı zamanda, mevcut buluşun bir amacı, yukarıda belirtilen granülometrik özelliklere sahip GCC ve PCC içeren bir kalsiyum karbonat materyali elde etmek için bir işlem sağlamaktır; buradaki GCC ve PCC, muhtemelen en azından başka bir mineral malzeme ile birlikte öğütülür.

- 25 Mevcut buluşun bir başka amacı, birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinde (yani, birlikte öğütülmüş GCC ve PCC'yi içeren sulu mineral bulamaçları ve birlikte öğütülmüş GCC ve PCC'yi içeren kuru ürünler) yatmaktadır.

Mevcut buluşun bir başka amacı, bu tür ürünlerin mineral maddeden yararlanan herhangi bir sektörde ve özellikle de kâğıt, boya ve plastik endüstrilerinde kullanımında yatmaktadır.

5 Kâğıt endüstrisi için kâğıt kaplama formülasyonunda birçok türde mineral kullanılır. Kil geleneksel olarak diğer mineral pigmentlere oranla düşük maliyeti nedeniyle bu amaçla kullanılmıştır.

10 Kalsiyum karbonat (CaCO_3) hem kaplama hem de dolgu pigmenti olarak kullanılır ve özellikle son ürünün opaklık veya parlaklık gibi optik özelliklerinden bazılarını iyileştirdiği bilinmektedir. Kalsiyum karbonat GCC olarak adlandırılan öğütülmüş veya doğal kalsiyum karbonat ve PCC olarak adlandırılan sentetik veya çökeltilmiş kalsiyum karbonat olmak üzere iki türde olabilir.

15 Öğütülmüş kalsiyum karbonat, kireçtaşı, mermer veya tebeşir gibi doğal kaynaklardan elde edilen ve öğütme gibi bir işlemle işlenen kalsiyum karbonattır. Çökeltilmiş kalsiyum karbonat, genellikle karbondioksit ve kireç sulu bir ortamda reaksiyonu takiben çökeltme ile elde edilen sentezlenmiş bir malzemedir. Bu PCC, rhombohedral ve/veya scalenohedral ve/veya aragonitik olabilir. Bu alanda uzman olan kişinin ihtiyaçlarına göre, bu GCC veya PCC ayrıca örneğin stearin ile yüzey işlemine tabi tutulabilir.

20 Uzun yıllar boyunca, kaplamalı kâğıdın nihai özelliklerini daha kesin bir şekilde düzenlemek için her ikisi de kâğıt kaplama formülasyonlarında mevcut olması ilgi çekici olabildiğinden dolayı, GCC ve PCC içeren mineral bulamaçların temin edilmesi teknikle uzman kişi için gerekli olmuştur. Kâğıt endüstrisinde hem doğal hem de çökeltilmiş kalsiyumkarbonat kullanımı ile ilgili yayınlar, örneğin, "PCC veya GCC, alkalin dönüşümünde kalsiyum karbonat seçimini belirleyen faktörler" (Kasım 1995 28. Yıllık Kâğıt Hamuru ve Kâğıt Yıllık Toplantısı'ndan sonra yayınlanan) ve "kaplanmamış ve 25 kaplanmamış ahşapsız kâğıt için birincil dolgu maddesi olarak GCC vs. PCC'yi" (Tappi Journal 2000, 83(5), pp 76) içermektedir: bu yayınlar, kâğıt endüstrisinde kullanım için PCC/GCC harmanlarının özelliklerini ifade eder. "Tebeşir: yüksek doldurulmuş için bir kalsiyum karbonat levhada" (TAPPI Proceedings, April 5-8 1992, Papermakers Conference, Book 2, Opryland Hotel, Nashville TN, , TAPPI Press, pp. 515-520), yazar, 30 PCC ile ilişkili dezavantajların, bu mineralin GCC gibi diğer dolgu maddeleri ile birlikte

kullanılmasıyla giderilebileceğini öne sürmektedir. Son olarak, "Kalsiyum karbonat pigmentleri ile kaplama yapısı ve bunun kâğıt ve baskı parlaklığı üzerindeki etkisi" bölümünde (Pulp & Paper Canada, 2004, 105(9), pp. 43-46), GCC ve PCC içeren farklı pigment karışımlarının parlaklık ve baskı parlaklığı dâhil kâğıt özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Başvuru sahibi, bu yayınların, kâğıt endüstrisinde kullanım için GCC ve PCC karışımlarının elde edilmesinin gerekliliğini ortaya koydukları için, buluşun teknik geçmişine ait görünüm sergilediklerinin altını çizmektedir. Ancak, bu yayınların hiçbiri GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesini ve bu buluşun amaçlarından biri olan belirli bir incelikte tane parçacıklı birlikte-öğütülmüş bir ürün elde etme imkânını öğretip açığa çıkarmıyor.

Teknikte uzman kişinin kaplanmış kâğıdın nihai özelliklerinden bazılarını iyileştirme ihtiyacına daha fazla atıfta bulunarak, parlaklık gibi son ürünün bazı optik özelliklerini iyileştirmesi için teknikte uzman kişinin ek bir ihtiyacı daha vardır. Bu gereksinimle karşı karşıya kalan, teknikte uzman kişi, kâğıt kaplama formülasyonunda kullanılan mineral maddelerinin inceliğinin, temel öneme sahip bir ölçüt olduğunu bilir: mineral maddenin inceliği, kaplanmış kâğıdın optik özelliklerinde bir gelişme ile büyük ölçüde bağlantılıdır.

Bu alanda, teknikte uzman kişi aşağıda belirtilen hususları bilir.

EP 0 894 836, su, bulamakta aglomere pigmentin ayrılmasını ve ağırlık olarak % 80-99'unun 2 µm'nin altında olduğu, ağırlıkça % 50-90'unun 1 µm'nin altında olduğu ve ağırlıkça % 0-10'unun, 0,2 µm'nin altında olduğu, diklik faktörünün (ağırlıkça % 50 çapa oranla ağırlıkça % 20 çapa oran) 1.5-2.0 arasında olduğu ve gözenekliliğin % 45-65 arasında olduğu durumda, parçacık boyutu dağılımına sahip aglomere karbonat pigmentini önleyen ticari olarak temin edilebilir bir dağıtıcıdan oluşan bir bulamacı açıklar. Bu buluşun sadece kalsit, mermer ve tebeşir tipindeki doğal kalsiyum karbonat ile ilgilendiği açıktır; dahası, Buluş bir dağıtıcı işlemine dayanmaktadır ve yukarıda bahsedilen karbonat içeren pigmentin öğütülmesini açıklamamaktadır. US 2002 155 055, kâğıtta kullanılmak üzere kalsiyum karbonat bileşimlerinin parçacık büyüklüğü dağılımının genişliğinin azaltılması sorununu ele almaktadır, ancak buluş sahipleri tarafından kabul edildiği gibi, sadece öğütülmüş kalsiyum karbonat üzerine odaklanmaktadır (bakınız [0007]). Önerilen çözelti, dağıtıcı içermeyen bir sulu doğal

kalsiyum karbonat süspansiyonu oluşturma, diklik oranına (A) sahip bir kalsiyum karbonat bileşimi üretmek için süspansiyonun ıslak öğütülmesi, diklik oranı (B)'nin (A) oranından daha küçük olduğu kalsiyum karbonat bileşimini üretmek için süspansiyonun 35 ° C'nin altındaki sıcaklıklarda olgunlaştırılması adımını içeren bir işlemde yatmaktadır.

5 Bu belgede diklik faktörü, boyut dağılımı Sedigraph™ kullanılarak açıklandığında, % 75 kütlede parçacıkların ortalama çapı, % 25 kütlede parçacıkların ortalama çapı ile bölünmesiyle tanımlanır.

En az bir başka mineral madde (ve özellikle kaolin) ile birlikte, tek tip veya her iki tipteki kalsiyum karbonatın (GCC ve PCC karışımları) kullanımıyla ilgili ve her malzemenin

10 ve/veya son karışımın diklik faktörü için bazı özel değerlerin açıklanmasıyla ilgili önceki teknik belgeler de vardır. WO 2003/093 577, kâğıdın parlaklığını, opaklığını, parlaklığını ve pürüzsüzlüğünü arttırmak amacıyla, özel parçacıklı pigmentlerin, kâğıt kaplama formülasyonlarında faydalı olabileceğini öğretir. Bu pigmentler PCC olan birinci bileşeni ve en az 25 olan bir şekil faktörü ve en az 20 dik olan işlenmiş parçacık halindeki sulu

15 kaolin kili olan ikinci bileşeni veya küresel parçacık şekline sahip PCC olan birinci bileşene ve şekil faktörü en az 45 ve 0.5 mm'den daha az bir ortalama eşdeğer parçacık çapı olan işlenmiş parçacık sulu kaolin kili olan ikinci bileşene veya PCC olan bir birinci bileşene ve 25'ten daha az bir şekil faktörüne sahip olan bir işlenmiş parçacık halindeki sulu kaolin kili olan ikinci bileşene sahiptir. Ayrıca, WO 2002/016 509, kâğıdın optik özelliklerini ve

20 kâğıt kaplamaların basılabilirliğini geliştirmek için, ortalama parçacık büyüklüğü 0.7-3 mm olan ve en az 60'lık bir şekil faktörü olan kaolinin kullanılmasının avantajlı olduğunu; bu tür kaolin, talk, kalsiyum sülfat ve/veya alkalik toprak metal karbonat gibi başka bir dolgu maddesi ile birlikte kullanılabileceğini göstermektedir. Son olarak, WO 2000/066 510, her iki parçacık da, 0.8 µm'den küçük bir medyan parçacık büyüklüğüne ve 38 x'den

25 fazlası, $100 \times d_{30}/d_{70}$ olarak tanımlanan diklik faktörüne sahip olduğu ve burada kaolin/karbonat ağırlık oranı, 40/60, tercihen 50/50 olduğu, blok kaolin kilinden üretilen ince bir kaolin ve GCC veya PCC olabilen bir kalsiyum karbonattan oluşan pigment bileşimlerinin kaplanmış kâğıdın optik özelliklerini ve basılabilirliğini iyileştirebildiğini göstermektedir. Son olarak, WO 2000/066 510 her iki parçacığın, 0.8 mm'den küçük bir

30 medyan parçacık büyüklüğüne ve 38 x'den fazlası, $100 \times d_{30}/d_{70}$ olarak tanımlanan diklik faktörüne sahip olduğu ve kaolin/karbonat ağırlık oranı, 40/60, tercihen 50/50 olduğu; blok kaolin kilinden üretilen ince bir kaolin ve GCC veya PCC olabilen bir kalsiyum

karbonattan oluşan pigment bileşimleri kaplanmış kağıdın optik özelliklerini ve basılabilirliğini artırabilir. Bu üç belge, kalsiyum karbonat (muhtemelen hem GCC hem de PCC tipinde) ve bu buluşun bir gereği olmayan zorunlu olarak kaolin karışımlarının kullanımına atıfta bulunurken, PCC ve GCC'yi birlikte öğütme olanağını, hatta kaolinin en az bir tip kalsiyum karbonat minerali ile birlikte öğütme olasılığını göstermez veya açığa çıkarmazlar.

Mevcut buluşun kapsamına daha yakın, özellikle kaplanmış kâğıdın bazı optik özelliklerini geliştirmek için kağıt formülasyonlarında kullanılmak üzere GCC ve PCC karışımlarının kullanımıyla ilgili belgeler de vardır. WO 2004/016 566 ağırlıkça 1,6 μm 'den az olan bir medyan tanecik boyutuna ve ağırlıkça PCC ile GCC'ye 3: 2 ile 1: 9 oranında bir medyan tanecik boyutuna sahip, ağırlıkça 0,8 μm 'den az bir GCC' ye sahip PCC'nin karıştırılmasından oluşan pigment bileşimi hazırlamaya yönelik bir yöntem açıklanmaktadır. Buluşa göre olan işleme elde edilen ince parçacıkların nihai bir kısmı hakkında hiçbir şeyi göstermez. Bununla birlikte, örnekler açıkça 1 μm 'den daha küçük parçacıkların ağırlıklarının% 50'sinden daha düşük olduğunu açıkça göstermektedir.

DE 4 128 570, kâğıdı doldurmak ve kaplamak için belirtilen tanecik şekil ve büyüklükte bir karbonat dolgu maddesini ve pigmentini açıklar. Bu tür karbonat dolgu maddesi ve pigment, 1.1-1.4 olan bir gradyan faktörü (ağırlıkça % 50/20'de mm olarak parçacık çapının oranı), eşkenar dörtgen veya yuvarlak parçacık şekline, 8 ile 19 arasında değişen 0.6 μm 'den daha ince, 1 μm /%'de parçacıkların daha küçük % parçacıklarının ve 0.4 ile 1.5 mm arasında değişen ortalama istatistik parçacık çapının R oranına sahiptir. Bu belge ayrıca, kuru ağırlıkça % 70 ve tercihen % 95 kalsiyum karbonat parçacıklarının, 1 μm 'den daha ince olduğu kalsiyum karbonat parçacıkları karışımını elde etmenin mümkün olduğunu gösterir. Son olarak, WO 2004/059 079, öğütülmüş kalsiyum karbonat olan birinci pigmenti ve çökeltilmiş veya öğütülmüş kalsiyum karbonat olan ikinci pigmenti, birinci ve ikinci pigmenti farklı boyut dağılım diklik faktörlerine sahip olan parçacık pigment bileşimini açıklar ($100 \times d_{30}/d_{70}$). Daha kesin olarak, talep edilen tanecikli pigment bileşimi iki pigment bileşeni içerir. Birincisi diklik faktörü 30-45 olan parçacıklı GCC karbonat içerir ve ikincisi dikliği faktörü 55-75 olan PCC'yi ve en fazla 0.5 mm çapa sahip olan veya dikliği faktörü 40-55 olan GCC'yi içerir. Başvuru Sahibi tarafından yapılan n ° 10 ve 13 testleri, her iki tipteki kalsiyum karbonatların bir karışımını, parçacıkların

kuru ağırlığının % 87'sinin 1 μm 'den daha düşük bir ortalama çapa sahip olduğunu açıklar.

Bununla birlikte, bu buluşların hem GCC hem de PCC kalsiyum karbonat türlerinin karışımına dayandığı açıkça görülmektedir: teknikte yetkin kişi yeni sorunlarla karşılaşabilir. Belirli bir granülometri ile ince öğütülmüş PCC genel olarak arzu edilir, söz konusu granülometri kuru ve/veya sulu ortamda öğütülerek elde edilir. Bununla birlikte, bu öğütme adımından sonra, ortaya çıkan ince PCC partiküllerinin çöktüğü ve daha sonra mekanik yollarla ve/veya topak çözücü maddelerin (bu ince öğütülmüş PCC'nin ayrıştırılması için işlemler özellikle JP 2001 089 505, JP 56 104 713, ABD 6 143 065 veya ABD 5 279 663'te açıklanmaktadır) eklenmesiyle topaklanmasının gerektiği gözlenmiştir: bu ekleme adımı PCC üretim sürecinde ek bir masrafı temsil eder; bu aglomerasyon adımını düşük maliyetli bir şekilde gerçekleştirme ihtiyacı vardır. Son olarak, harmanlamadan önce her bir bileşenin ayrı ayrı öğütülmesine karşılık GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi sırasında, özellikle daha sonra tarif edilen boncukları içeren belirli keria (CeO_2) kullanıldığında, öğütme verimliliğinde şaşırtıcı bir artış (belirli bir değerden daha ince bir parçacık partikülüyle nihai ürünleri elde etmek için gereken toplam spesifik enerjide azalma) gözlemlenmiştir.

Yukarıda belirtildiği gibi, teknikte uzman kişi için, kâğıt üretiminde kullanım için hem GCC hem de PCC'yi içeren mineral bulamaçların temin edilmesine ve özellikle, GCC ve PCC'nin basit bir şekilde karıştırılması durumunda gerektiğinde aglomere PCC'nin ilave maliyetli basamağından kaçınmak için maliyet etkin bir şekilde yapılmasına ihtiyacı vardır.

Mevcut buluşla birlikte, hem GCC hem de PCC içeren bir mineral bulamacın üretilmesine yönelik yeni bir işlem, önceki teknikte mevcut dezavantajları içermeksizin, şaşırtıcı bir şekilde bulunmuştur.

Mevcut buluşla, önceki teknikte mevcut dezavantajları olmayan, hem GCC hem de PCC içeren bir mineral bulamacın üretilmesinde yeni bir işlem şaşırtıcı bir şekilde bulunmuştur. % 80'den fazlası, tercihen % 85'den fazlası, daha tercihen % 90'dan fazlası ve daha da tercihen % 95'den fazlası 1 μm 'dan daha küçük parçacıkların oranı ve 25 m^2/g 'dan daha düşük bir BET spesifik yüzey alanını sunan GCC ve PCC tipinde birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin hazırlanmasında yatmaktadır.

1 μm 'den küçük parçacıkların oranı % 95'den fazla olduğunda, BET özgül yüzey alanı tercihen $25 \text{ m}^2/\text{g}$ 'dan azdır. 1 μm 'den küçük parçacıkların oranı % 90'dan fazla, % 85'den fazlave % 80'den fazla olduğunda, BET özgül yüzey alanı tercihen sırasıyla $20 \text{ m}^2/\text{g}$ 'dan az, $18 \text{ m}^2/\text{g}$ 'dan az ve $15 \text{ m}^2/\text{g}$ 'dan azdır.

- 5 Genel olarak, 1 μm 'den küçük parçacıkların bir kısmına benzer GCC topraklamasının, $25 \text{ m}^2/\text{g}$ 'dan daha büyük bir BET özgül yüzey alanına yol açtığı not edilmelidir.

Daha kesin olarak, buluş, GCC ve PCC'yi içeren ortak bir kalsiyum karbonat malzemesinin üretilmesi işleminde yatmaktadır,

- 10 % 80'den fazla, tercihen % 85'den fazla, daha fazla tercih edilen haliyle % 90'dan fazlası ve hatta en fazla tercih edilen haliyle % 95'den fazlası $1\mu\text{m}$ 'dan daha ince parçacıkların oranı ve

$25 \text{ m}^2/\text{g}$ 'dan daha düşük bir BET özgül yüzey alanı sunulmaktadır.

söz konusu işlem, aşağıdaki adımları içermesiyle karakterize edilmektedir:

- (a) GCC'yi sulu bir süspansiyon halinde sağlamak,
- 15 (b) 1 μm 'den daha ince parçacıkların oranı % 80'den fazlası, tercihen % 85'den fazlası, daha çok tercih edilen haliyle % 90'dan fazlası ve hatta daha da tercihen % 95'den fazlasına erişinceye kadar ve BET özgül yüzey alanı $25 \text{ m}^2/\text{g}$ 'dan az olana kadar isteğe bağlı olarak en az başka bir mineral madde ile birlikte GCC ve PCC öğütme,
- 20 (c) isteğe bağlı olarak (b) adımından sonra elde edilen birlikte-öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin elenmesi ve/veya konsantre edilmesi,
- (d) isteğe bağlı olarak (b) veya (c) adımından sonra elde edilen yardımcı öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin kurutulması

- Bu işlem, teknikte uzman kişilerin, özellikle kâğıt endüstrisinde kullanılabilecek hem GCC
- 25 hem de PCC içeren sulu bulamaç ve/veya kuru ürün elde etmelerini sağlar.

Ayrıca ve 1 μm 'den daha ince parçacıklı özgül oranları ve spesifik BET özgül yüzey alanı seçimi nedeniyle, kaplanmış kağıtta çok parlak özellikler elde edilir. Son olarak, öğütme adımından sonra, önemli ilave PCC de aglomerasyonunun gerekli olmadığı şaşırtıcı bir şekilde bulunmuştur: bu nedenle, buluşa göre olan işlem, bir PCC'nin ilk
5 aglomerasyonunu gerektiren hem GCC hem de PCC'nin basit bir şekilde karıştırılmasını esas alarak önceki teknikteki işlemlerden daha ucuzdur. Son olarak, harmanlamadan önce her bir bileşenin ayrı ayrı öğütülmesinin aksine, GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi, özellikle daha sonra tarif edilen belirli ceria-içeren boncukların kullanılması durumunda, öğütme verimliliğinde şaşırtıcı bir artış (istenen ürün miktarının parçacığının nihai
10 ürünlerini elde etmek için gereken toplam özgül enerjide azalma) gözlemlenmiştir.

Başvuru Sahibi aynı zamanda bir PCC karışımı içeren % 25-75 katı konsantrasyonlu bir sulu bulamacı veya kurutulmuş ıslak pasta içeren ve 1000 cp'nin (25 ° C) altında bir viskoziteye sahip bir bulamaç verecek şekilde bir karıştırıcıda dağıtılan ve 0.2-3 μm 'lik medyan çapında kalsiyum karbonat parçacıkları içeren viskozite azaltma maddesini
15 açıklayan ve 0.2-3 μm ortalama çapında kalsiyum karbonat partikülleri içeren EP 0 850 880'den bahsetmek ister. Bulamaç daha sonra (II) 20: 80 ila 80: 20'lik bir ağırlık oranı ve % 60-85'lik bir katı madde konsantrasyonu verecek şekilde 1.5-30 μm 'lik medyan çaplı kuru öğütülmüş kalsiyum karbonat parçacıkları ile karıştırılır. Bulamaç daha sonra bir karıştırıcıda 1000 cp'nin altında bir viskoziteye kadar dağıtılır ve son olarak 0.2-2 μm 'lik
20 medyan çapta kalsiyum karbonat parçacıkları içeren bir ürün sulu bulamacını vermek üzere kum öğütme değirmeni içinde dağıtılır. Bu patent ayrıca elde edilen kalsiyum karbonat parçacıklarının 5 ila 25 m^2/g aralığında değişen BET özgül yüzey alanına sahip olduğundan bahseder. EP 0 850 880 patenti, GCC bileşeni ıslak zeminde olduğunda, bu buluş tarafından çözümlenen farklı bir teknik problem olan ıslak kesme reolojisi
25 zorluklarına karşı koyan bir çözüm olarak yukarıdaki işlemi açıklar. Mevcut buluşta aksine, ilk olarak, ıslak zımparalamanın parlaklık kaybı olmadan da kabul edilebilir olduğu bulunmuştur. Ayrıca, patent sahibi, GCC'nin kuru bir şekilde öğütülmesini gerektiren bu işlemle üretim işleminde herhangi bir ürünün elde edilmesine referansta bulunmaz. Son olarak, bu patent, arzu edilen bir miktarda parçacığın ve istenen bir BET özgül yüzey
30 alanının bir kombinasyonunun, enerjisel olarak ekonomik bir işlemle parlaklık gelişimi için elde edilebileceğini açıklamaz.

Buluşun bir birinci amacı, GCC ve PCC'yi içeren ortak bir kalsiyum karbonat malzemesinin üretilmesi işleminden oluşur,

-% 80'den fazlası, tercihen % 85'den fazlası, daha çok tercihen % 90'dan fazlası ve daha da tercihen % 95'den fazlası 1 µm'dan daha ince parçacık oranını ve

5 - 25 m²/g'dan az bir BET özgül yüzey alanını

söz konusu işlem, aşağıdaki adımları içermesiyle karakterize edilmektedir:

(a) GCC'yi sulu bir süspansiyon halinde sağlamak,

10 (b) 1 µm'den daha ince parçacıkların oranı % 80'den fazlası, tercihen % 85'den fazlası, daha çok tercihen % 90'dan fazlası ve hatta daha da tercihen % 95'den fazlası olana kadar ve BET özgül yüzey alanı 25 m²/g'dan az olana kadar isteğe bağlı olarak en az başka bir mineral madde ile birlikte GCC ve PCC öğütme,

(c) (c)isteğe bağlı olarak (b) veya (c) adımından sonra elde edilen birlikte-öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin elenmesi ve/veya konsantre edilmesi,

15 (d) isteğe bağlı olarak (b) veya (c) adımından sonra elde edilen yardımcı öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin kurutulmasını sunar.

1 µm'den daha ince parçacıkların oranı % 95'den fazlası olduğunda, BET özgül yüzey alanı tercihen 25 m²/g'dan azdır. 1 µm'den daha ince parçacıkların oranı % 90'dan, % 85'den ve % 80'den fazlası olduğunda, BET özgül yüzey alanı, tercihen sırasıyla 20 m²/g, 18 m²/g'dan az ve 15 m²/g'dan'den azdır.

20 Buluşa göre olan işlem, (a) adımında, kalsiyum karbonat malzemesinin sulu bir süspansiyon halinde sağlanması ve bu sulu süspansiyonun kuru ağırlıkça % 20 ila 80, tercihen % 50 ila 75 ve en çok tercihen % 50 ila 70 arasında kalsiyum karbonat içermesi ile karakterize edilmektedir. Bahsedilen sulu süspansiyon, kalsiyum karbonat malzemesinin ıslak bir kek şeklinde dağılmasından kaynaklanabilir. Bir kek şeklinde
25 dağılmasından kaynaklanabilir.

Bu özel uygulamada, ıslak öğütülmüş doğal kalsiyum karbonat, (b) adımından önce, örneğin köpüklü yüzdürme yoluyla silikat safsızlıkları gibi safsızlıkların giderilmesine izin veren ıslak faydalı bir aşamaya tabi tutulabilir.

5 Başka bir düzenlemede, buluşa göre olan işlem aynı zamanda (c) adımının gerçekleştirilmesi ile karakterize edilmektedir.

Başka bir uygulamada, buluşa göre olan işlem aynı zamanda (d) adımının gerçekleştirilmesi ile karakterize edilmektedir.

10 Daha genel olarak, buluşa göre olan işlem, ayrıca (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin sulu ortamda gerçekleştirilmesi ile karakterize edilmektedir, burada kalsiyum karbonat konsantrasyonu % 20 ila 80, tercihen % 50 ila 75 ve en çok tercih edilen haliyle % 50 ila 70 (kuru ağırlıkça kalsiyum karbonat) arasındadır.

15 Buluşa göre olan işlem ayrıca, % 0 ila 2, tercihen % 0,2 ila 1,4 ve en çok tercih edilen şekliyle % 0,5 ila 1,2 arasında değişen toplam kuru mineral maddeye göre % ağırlık olarak mevcut olan en az bir dağıtma ve/veya öğütme yardım maddesi (b) adımında birlikte öğütülme öncesinde, sırasında veya sonrasında eklenebilmeyle karakterize edilmektedir. Bu tür katkı maddeleri, 25 ° C'de ölçüldüğü gibi 3000 mPa.s'den az, tercihen 1000 mPas'dan az stabil Prookfield™ viskozitesi elde etmek için eklenebilir.

20 Teknikte uzman bir kişi, ulaşmak istediği özelliklerin bir işlevi olarak dağıtıcı ve/veya öğütücü yardım maddesini seçecektir. Örneğin, (met) akrilik asit homopolimerlerini ve/veya (met) akrilik asit kopolimerlerini, tamamen veya kısmen nötrleştirilmiş diğer suda çözünür monomerler, bu gibi homo ve kopolimerler ile birlikte kullanabilir.

Buluşa göre olan işlem ayrıca (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin talk, kil, Al₂O₃, TiO₂ veya bunların karışımları arasından seçilen en az bir başka mineral madde varlığında gerçekleştirilmesi ile karakterize edilmektedir.

25 Daha tercihen, diğer mineral malzeme talk, kil veya bunların karışımları arasından seçilir.

En çok tercihen, diğer mineral malzeme talk veya kildir.

Buluşa göre olan işlem, ayrıca (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin, 7'nin üzerinde bir pH'da gerçekleşmesi ile karakterize edilmektedir.

Başka bir uygulamada, buluşa göre olan işlemin özelliği, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 10'un üzerinde bir pH'da gerçekleşmesidir.

- 5 Başka bir uygulamada, buluşa göre olan işlemin karakteristik özelliği, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 11'in üzerinde bir pH'da gerçekleşmesidir.

Bu pH artışı, aşağıdakilerden birinin veya daha fazlasının sonucu olabilir: bazın, tercihen bir mono veya iki değerli katyonun, en çok tercihen sodyum veya kalsiyumun ilavesiyle, biyosit alkalın preparasyonunun ilavesiyle veya PCC ve GCC'nin birlikte öğütülmesi sırasında olduğu gibi bir malzemenin öğütülmesi sırasında Ca (OH) 2 gibi bir hidroksit salınımı ile sonuç alınabilir. Başvuru sahibi, hâlihazırda öğütme adımı sırasında eklenebilecek biyositlerden bahseden mevcut patent başvurusunun yapıldığı tarihte henüz yayımlanmamış 05 00779 sayılı Fransız patent başvurusunu bildiğini belirtmektedir.

- 15 Buluşa göre işlem, öğütücü içeriğinin, 60 ° C'nin üstünde, tercihen 90 ° C'nin üstünde ve en çok tercihen 100 ° C'nin üstünde bir sıcaklık artışına maruz kalmasıyla da karakterize edilmektedir.

Bu sıcaklık, değirmen içeriğinin değirmendeki herhangi bir noktada ulaştığı sıcaklığı ifade eder. Özellikle, değirmen tabanındaki değirmen içerikleri, daha yüksek bir hidrostatik basıncın sonucu olarak daha yüksek bir sıcaklığa maruz kalabilir.

Buluşa göre olan işlem ayrıca (b) adımında birlikte öğütme işleminin toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 10 ila 90'ını, tercihen toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 20 ila 80'ini ve en çok tercih edilen haliyle toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 30 ila % 70'ini oluşturduğu zaman PCC'nin mevcut olmasıyla karakterize edilmektedir.

- 25 Buluşa göre olan işlem ayrıca (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi, öğütme ortamı olarak keria içeren zirkonyum oksit öğütme boncuklarının varlığında gerçekleştirilmesiyle de karakterize edilmektedir, bu tanecikler şunlara sahiptir.

- söz konusu boncukun toplam ağırlığına göre ağırlıkça % 14 ila % 20 arasında, tercihen bahsedilen tane toplam ağırlığına göre ağırlıkça % 15 ila 18 arasında ve en çok tercih edilen durumda bahsedilen tane toplam ağırlığına göre ağırlıkça yaklaşık % 16 arasında keria içeriğine sahiptir,

- 5 - söz konusu tanecikleri $1 \mu\text{m}$ 'den az, tercihen $0.5 \mu\text{m}$ 'den az ve en çok tercih edilen haliyle $0.3 \mu\text{m}$ 'den az olan taneciklerin sinterlenmesinden sonra ortalama bir tane büyüklüğüne sahiptir.

Bu tane büyüklüğü, tanelerin taramalı elektron mikroskop görüntülerinin analizi ile belirlenir. Boncuk keria içeriği, ICP Optik Emisyon Spektrometresi ile analiz edilir.

- 10 Buluşa göre olan işlem ayrıca, taneciklerin $0,2$ ila $1,5$ mm, tercihen $0,4$ ila $1,0$ mm arasında öğütülmeden önce orijinal bir çapa sahip olması ile karakterize edilmektedir.

Mevcut buluşun bir başka amacı, GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinde yatmaktadır, karakterize edici özelliği, buluşa göre işlem ile elde edilmesidir. Bu buluşun bir başka amacı, GCC ve PCC'yi içeren kalsiyum karbonat malzemesinde yatmaktadır, karakterize edici özelliği, sulu süspansiyon şeklinde olmasıdır,

-% 80'den fazlası, tercihen % 85'den fazlası, daha çok tercihen % 90'dan fazlası ve daha da tercihen % 95'den fazlası olan $1 \mu\text{m}$ 'den daha ince parçacık oranını ve

- $25 \text{ m}^2/\text{g}$ 'den daha az bir BET özgül yüzey alanı sunar.

- 20 $1 \mu\text{m}$ 'den daha ince parçacıkların oranı % 95'den fazlası olduğunda, BET özgül yüzey alanı tercihen $25 \text{ m}^2/\text{g}$ 'den azdır. $1 \mu\text{m}$ 'den daha ince parçacıkların oranı % 90'dan, % 85'den ve % 80'den fazlası olduğunda, BET özgül yüzey alanı, tercihen sırasıyla $20 \text{ m}^2/\text{g}$, $18 \text{ m}^2/\text{g}$ 'den az ve $15 \text{ m}^2/\text{g}$ 'den azdır.

- 25 Yukarıdaki uygulamaya göre, birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali, sulu süspansiyon formu ağırlık olarak % 20 ila 80 oranında kalsiyum karbonat materyali, tercihen ağırlık olarak % 40 ila 75 oranında kalsiyum karbonat materyali ve en çok tercih

edilen haliyle % 60 ila 70 oranında kuru kalsiyum karbonat materyali içermesiyle karakterize edilmektedir.

Sulu süspansiyon formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca mevcut PCC'nin toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 10 ila 90'ını, tercihen toplam 5 kombine PCC ve GCC ağırlığının % 20 ila 80'ini ve en çok tercihen toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 30 ila 70'ini oluşturmasıyla karakterize edilmektedir.

GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi ve buluşa göre sulu süspansiyon formunda, ayrıca en az yaklaşık 30, tercihen en az yaklaşık 40 ve en çok tercihen en az yaklaşık 45 oranında bir diklik faktörü sunması ile karakterize 10 edilmektedir.

Diklik faktörü, $d_{30}/d_{70} \times 100$ olarak tanımlanır, burada dx, parçacıkların ağırlıkça% x'inin daha ince olduğu görelî eşdeğer küresel çaptır.

GCC ve PCC içeren ve buluşa uygun bir sulu süspansiyon formunda olan birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca, yaklaşık 0.2 ila yaklaşık 2 μm , tercihen 15 0.2 ila 0.8 μm ve en çok tercihen 0.25 ila 0.45 μm arasında bir d_{50} 'ye sahip olmasıyla karakterize edilmektedir. Bu d_{50} , Sedigraph™ 5100 kullanılarak ölçülür.

GCC ve PCC içeren ve buluşa göre sulu bir süspansiyon formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca sulu süspansiyonun en az bir dağıtıcı ve/veya öğütücü yardım maddesi içermesiyle karakterize edilmektedir, bu tür dağıtma ve/veya 20 öğütme yardım maddesi toplam kuru mineral maddeye göre % 0 ila % 2, tercihen % 0,2 ila 1,4 ve en çok tercih edilen haliyle % 0,5 ila 1,2 arasında değişen bir ağırlıkta bulunur.

GCC ve PCC içeren ve buluşa göre sulu bir süspansiyon formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali 40 μm 'lik bir elekten geçen bulamaç suyu, 1000 ppm'den daha az ZrO_2 ve 200 ppm'den daha az CeO_2 içermesiyle karakterize edilmektedir.

GCC ve PCC içeren ve buluşa göre sulu bir süspansiyon formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca bulamaç suyu, $\text{ZrO}_2/\text{CeO}_2$ ağırlık oranı 4 ila 6.5, tercihen 4.6 ila 5.7 ve en çok tercihen 5.3'tür. ZrO_2 ve CeO_2 içerikleri ICP OES ile karakterize edilmektedir.

Bu buluşun bir başka amacı, GCC ve PCC içeren ortak öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinde yatmaktadır, karakterize edici özelliği, kuru bir ürün şeklinde olmasıdır,

-% 80'den fazlası, tercihen % 85'den fazlası, daha çok tercihen % 90'dan fazlası ve daha da tercihen % 95'den fazlası olan 1 µm'dan daha ince parçacık oranını ve

5 - 25 m²/g'dan daha az bir BET özgül yüzey alanı sunar.

1 µm'den daha ince parçacıkların oranı % 95'den fazlası olduğunda, BET özgül yüzey alanı tercihen 25 m²/g'dan azdır. 1 µm'den daha ince parçacıkların oranı % 90'dan, % 85'den ve % 80'den fazlası olduğunda, BET özgül yüzey alanı, tercihen sırasıyla 20 m²/g, 18 m²/g'dan az ve 15 m²/g'dan'den azdır.

10 GCC ve PCC içeren ve buluşa göre kuru bir ürün formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi, mevcut PCC toplam PCC ve GCC ağırlığının % 10 ila 90'ını, tercihen toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının% 20 ila 80'i ve en çok tercihen toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 30 ila% 70'ini oluşturmasıyla karakterize edilmektedir.

15 GCC ve PCC içeren ve buluşa göre kuru bir ürün formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi aynı zamanda en az yaklaşık 30, tercihen en az yaklaşık 40 ve en çok tercihen en az yaklaşık 45 olan bir diklik faktörü sunmasıyla karakterize edilmektedir.

20 GCC ve PCC içeren ve buluşa göre kuru bir ürün formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi aynı zamanda, yaklaşık 0.2 ila yaklaşık 2.0 µm, tercihen 0.2 ila 0.8 µm ve en çok tercihen yaklaşık 0.25 ila yaklaşık 0.45 µm'lik bir d₅₀'ye sahip olması ile karakterize edilmektedir.

GCC ve PCC içeren ve buluşa göre kuru bir ürün formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi aynı zamanda, 4 ila 6,5, tercihen 4,6 ila 5,7 ve en çok tercihen 5,3 olan bir ZrO₂/CeO₂ ağırlık oranına sahip olması ile karakterize edilmektedir.

25 Son olarak, mevcut buluşun bir başka amacı, buluşa göre ortak öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin, mineral malzemedan yararlanan herhangi bir sektörde ve özellikle de kâğıt, boya ve plastik endüstrilerinde kullanımında yatmaktadır.

ÖRNEKLER

Aşağıdaki örnekler, buluşun bazı düzenlemelerini gösterme amaçlıdır ve sınırlayıcı değildir.

Medyan çapı Sedigraph™ 5100 kullanılarak ölçüldü.

Örnek-1 –Karşılaştırmalı Örnek

- 5 Ortalama çapı 1.5 µm olan öğütülmüş kalsiyum karbonat, aşağıdaki katkı maddelerinin mevcudiyetinde % 74.5 katı içeriğinde ıslak öğütüldü: % 1.51 sodyum poliakrilat, keria içeren zirkonyum oksit öğütme boncukları kullanarak iki geçişli bir işlemde 0,45 µm'lik bir medyan boncuk çapı, toplam boncuk ağırlığına göre ağırlıkça % 16'lık bir CeO₂ içeriği ve 0,4 µm'lik sinterleme sonrası tane büyüklüğüne sahiptir. Bu malzeme için % 97'lik 10 µm'dan daha az parçacık fraksiyonlu nihai bir GCC elde etmek için gereken özgül öğütme enerjisi 270 kWh/t idi.

Daha sonra % 75 oranında seyreltilmiş katı madde içeriğine sahip olan öğütülmüş GCC malzemesinin bulamacı, daha sonra, aşağıdaki bileşen oranlarından oluşan standart bir kağıt kaplama formülasyonuna ilave edildi.

- | | | |
|----|------------|-------------------------|
| 15 | 100 parça | öğütülmüş GCC malzemesi |
| | 10.5 parça | SBR lateks |
| | 0.5 parça | sentetik kalınlaştırıcı |
| | 0.2 parça | polivinil alkol |
| | 0.2 parça | optik parlatma maddesi |

- 20 Yukarıdaki kaplama, % 68'lik bir nihai katı muhtevasına ayarlandı ve 10 g/m² /yan kaplama ağırlığında 71 g/m² gramajlı standart bir önceden kaplanmış ahşap içermeyen baz kağıda uygulandı. Bu kaplanmış baz kağıt daha sonra aşağıdaki kalenderleme koşulları altında bir süper kalender kullanılarak perdahlandı: 800 m/dak kalender hızı, 200 kN/cm kalender yükü ve 105 ° C'lik bir sıcaklık.

- 25 Kaplanmış kâğıt yüzeyinin parlaklığı % 70 Tappi 75 ° idi.

Örnek 2 - Buluşa göre işlemin gösterimi

- Medyan GCC çapı 1.4 mm olan % 76 katı öğütülmüş kalsiyum karbonat içeren bulamaç tozu, medyan PCC çapı 0.75 mm olan % 51 katı içerikli PCC bulamacının mevcudiyetinde öğütüldü. Değirmendeki PCC - GCC ağırlık oranı 50:50 idi. Değirmendeki bulamacın
- 5 toplam katı içeriği % 61 ve medyan çapı 1.1'dir. Öğütücü içerikleri daha sonra aşağıdaki toplam katkı maddesi içeriğinin varlığında birlikte öğütüldü: 0.45 mm'lik bir medyan boncuk çapına, toplam boncuk ağırlığına göre ağırlıkça % 16'lık bir CeO₂ içeriğine ve 0.4 mm'lik sinterlemeden sonra tanecik boyutuna sahip olan, keria-içeren zirkonyum oksit öğütme boncuklarının kullanılarak, ağırlıkça % 0.95 sodyum poliakrilat ile birlikte üretildi.
- 10 Bu malzeme için 1 µm % 97'den daha az bir partikül fraksiyonu ile nihai bir birlikte öğütülmüş GCC elde etmek için gerekli özel öğütme enerjisi 200 kWh/t idi.

% 70.2'lik bir katı muhtevasına sahip olan birlikte işlenen malzemenin elde edilen bulamacı daha sonra, aşağıdaki bileşenlerin ağırlık oranlarından oluşan standart bir kağıt kaplama formülasyonuna ilave edildi.

- | | | |
|----|------------|---------------------------|
| 15 | 100 parça | birlikte işlenmiş malzeme |
| | 10.5 parça | SBR lateks |
| | 0.5 parça | sentetik kalınlaştırıcı |
| | 0.2 parça | polivinil alkol |
| | 0.2 parça | optik parlatma maddesi |

- 20 Yukarıdaki kaplama, % 68'lik nihai katı muhtevasına ayarlandı ve 10 g/m²/yan kaplama ağırlığında 71 g/m² gramajlı standart önceden kaplanmış ahşap içermeyen baz kağıda uygulandı. Bu kaplanmış baz kağıt daha sonra aşağıdaki kalenderleme koşulları altında bir süper kalender kullanılarak perdahlandı: 800 m/dak kalender hızı, 200 kN/cm kalender yükü ve 105 ° C'lik bir sıcaklık.

- 25 Kaplanmış kağıt yüzeyinin parlaklığı % 72 Tappi 75 ° idi.

Yukarıdaki sonuçlar Tablo 1'de özetlenmiştir.

Tablo1:

	Örnek 1	Örnek 2
Nihai öğütme ürününde 1 μm 'dan daha ince parçacık oranı	97%	97%
Nihai öğütülmüş ürünün BET özgül yüzey alanı	28 g/m^2	23 g/m^2
Nihai öğütülmüş ürünün diklik faktörü	35	42
Nihai öğütülmüş ürünün medyan çapı	0.27 μm	0.27 μm
Ürünü üretmek için gereken toplam özel öğütme enerjisi	270 kWh/t	200 kWh/t
Ürün içeren formülasyonla kaplanmış Tappi parlak kâğıdı	70%	72%
Ürünü içeren formülasyonla kaplanmış kâğıdın parlaklığı	95.1 %	96.5 %
Ürünü içeren formülasyonla kaplanmış kâğıdın opaklığı	89.7 %	90.2 %

Tablo 1, buluşa göre olan işlemin, önceki tekniğin işlemine göre eşit/gelişmiş bir parlaklığa yol açan belirli bir değerden daha ince istenen parçacık oranını elde etmek için daha az öğütme enerjisi gerektirdiğini göstermektedir.

Örnek 4 - Buluşa göre örnek.

Bu örnek, buluşa uygun bir işlemle elde edilen ortak bir PCC ve GCC'yi göstermektedir.

% 74 katı içerikli öğütülmüş kalsiyum karbonat bulamacı aşağıda listelenen özellikleri sunar. Tablo 2'de Örnek 4'te listelenen özellikleri gösteren % 74 katı içerikli toprak kalsiyum karbonat bulamacı, bir ortam değirmeninde Tablo 2 Örnek 4 altında listelenen özelliklere sahip % 48 katı içerikli PCC bulamacının varlığında öğütüldü. Değirmendeki PCC - GCC ağırlık oranı 30:70 idi ve katı madde içeriği % 65.9'du. Öğütücü içeriği, 0.6 ila 1.0 mm öğütmeden önce bir boncuk çapına sahip itriyum-stabilize zirkonyum silikat öğütme boncukları kullanılarak birlikte öğütüldü. Tablo 2'de belirtilen uç malzeme özelliklerine sahip GCC/PCC ortak öğütülmüş uç malzeme elde etmek için toplam 116 kWh/t özel taşlama enerjisi harcanmıştır. Bu GCC bulamacının nihai katı içeriği % 70.3 idi.

Bu bulamaç daha sonra aşağıdaki ağırlık oranlarındaki bileşenlerden oluşan standart bir kağıt kaplama formülasyonuna ilave edildi:

100 parça PCC/GCC birlikte öğütülmüş malzeme

10.5 parça	SBR lateks
0.5 parça	sentetik kalınlaştırıcı
0.2 parça	polivinil alkol
0.2 parça	optik parlatma maddesi

5 Yukarıdaki kaplama, % 68'lik nihai katı muhtevasına ayarlandı ve 10 g/m²/yan kaplama ağırlığında 71 g/m² gramajlı standart önceden kaplanmış ahşap içermeyen baz kağıda uygulandı. Bu kaplanmış baz kağıt daha sonra aşağıdaki kalenderleme koşulları altında bir süper kalender kullanılarak perdahlandı: 800 m/dak kalender hızı, 200 kN/cm kalender yükü ve 105 ° C'lik bir sıcaklık.

10 Kaplanmış kâğıt yüzeyinin optik özellikleri, Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2:

Ölçüm Adı	Örnek 2 - PCC/GCC Karışım Materyali	Örnek 4 - PCC/GCC Bileşik Üçüncüncü Materyali
Başlangıç malzeme özellikleri		
GCC	değ. (µm)	1.4
	dikk faktörü	28
PCC	dso (µm)	0.75
	dikk faktörü	55
Bilgi malzemesi özellikleri		
GCC	değ. (µm)	0.40
	dikk faktörü	34
PCC	değ. (µm)	0.38
	dikk faktörü	40
PCC + GCC	PCC/GCC ağırlık oranı	30/70
GCC	değ. (µm)	0.38
	dikk faktörü	37
	2 µm'den daha az bir ebatla ölçülen BET özgül yüzey alanı (m ² /g)	89.5
		88.5
	BET özgül yüzey alanı (m ² /g)	18.1
		18.2
Toplam ısıtıcı enerji		
		162 kWh/t
Bilgi malzemesiyle kağıt kağıdının özellikleri		
	kağıt opaklığı (%aport)	70.5 %
	özellik	90.4 %
	karlılık (%45)	97.9 %
		97.9 %

Tablo 2, buluşa göre ortak bir PCC/GCC malzemesi hazırlama işleminin, PCC ve GCC'nin karşılaştırılabilir bir karışımını hazırlamak için gerekli olanlara kıyasla, herhangi bir kayıp olmadan veya optik özelliklerde bir iyileşme olmadan, daha az öğütme enerjisi gerektirdiğini göstermektedir.

5 Örnek 5

Bu örnek, buluşa göre bir işlemin kullanımını göstermektedir, buradaki 3 mineral, doğal kalsiyum karbonat, çöktürülmüş kalsiyum karbonat ve kil, bahsedilen boncukun toplam ağırlığına göre ağırlıkça % 16'lık bir ceria içeriği, 0.4 µm'lik boncukları oluşturan tanelerin sinterlenmesinden sonra ortalama tane büyüklüğü ve 0,45 µm'lik bir ortalama boncuk 10 çapına sahip keria içeren zirkonyum oksit öğütme boncukları ile birlikte öğütülür. Birlikte öğütülmüş malzeme daha sonra bir baz kağıdı kaplamak için kullanılan bir kaplama formülasyonuna eklenir ve elde edilen parlaklık ölçülür.

Aşağıdaki malzemeler birlikte oluşturuldu:

-1,4 mikron µ medyan GCC çapı sunan ve ağırlıkça % 0.27 (kuru ağırlıkta GCC) akrilik asit 15 homopolimeri kullanılarak hazırlanmış % 74 katı içerikli öğütülmüş kalsiyum karbonat bulamacı,

-0,8 mikron µ medyan PCC çapı sunan ve ağırlıkça % 0.7 (kuru ağırlıkta PCC) akrilik asit homopolimeri kullanılarak hazırlanmış % 51 PCC bulamacı,

-ve % 68 katı içerikli HUBER (Lithoprint™ adı altında Tescilli Ticari Marka) adı altında 20 ticarileştirilmiş kil içerik bulamacı

Değirmendeki PCC:GCC:kil ağırlık oranı 45:45:10 idi.

Değirmeni içindeki bulamacın toplam katı içeriği% 72 idi ve buluşu gösteren 2 test için medyan çapı 0.4 ve 0.5 mm idi.

Öğütücü içerikleri daha sonra aşağıdaki toplam katkı maddesi içeriğinin mevcudiyetinde 25 bir araya toplandı:

-sırasıyla akrilik asit bir homopolimerinden sırasıyla ağırlıkça % 0.4 ve % 0.2 oranında (mineral maddenin kuru ağırlığına göre), burada 5 600 g/mol moleküler ağırlığa ve 2.4'e eşit bir polidispersiteye sahip sodyum hidroksit ile karboksilik fonksiyonların % 14 mol'ü nötrleştirildi.

- 5 - 0.45 μm 'lik bir medyan boncuk çapına, toplam boncuk ağırlığına göre ağırlıkça % 16'lık bir CeO_2 içeriğine ve 0.45 μm 'lik sinterlemeden sonra tane boyutuna sahip olan, keria- içeren zirkonyum oksit öğütme boncuklarını kullanarak birlikte öğütüldü.

sırasıyla 0,4 ve 0,5 μm 'lik bir medyan çap sergileyen birlikte öğütme malzemesine yol açar

- 10 Birlikte işlenen malzemedan elde edilen 2 bulamaç daha sonra aşağıdaki ağırlık oranlarındaki bileşenlerden oluşan standart bir kâğıt kaplama formülasyonuna ilave edildi.

100 parça birlikte işlenmiş malzeme

10.5 parça SBR lateks (DOW CHEMICALS™ tarafından ticarileştirilmiş DL 966)

- 15 0.5 parça sentetik kalınlaştırıcı (FINNFIX™ tarafından ticarileştirilmiş CMC FF5)

0.4 parça polivinil alkol (CLARIANT™ tarafından ticarileştirilmiş PVA 4-98)

0.6 parça optik parlatma maddesi (BAYER™ tarafından ticarileştirilmiş Blancophor™ p)

- 20 Yukarıdaki kaplama, % 78'lik nihai katı muhtevasına ayarlandı ve 10 g/m²/yan kaplama ağırlığında 78 g/m² gramajlı standart önceden kaplanmış ahşap içermeyen baz kağıda uygulandı. Bu kaplanmış baz kağıt daha sonra aşağıdaki kalenderleme koşulları altında bir süper kalender kullanılarak perdahlandı: 300 m/dak kalender hızı, 170 kN/cm kalender yükü ve 80 ° C'lik bir sıcaklık.

- 25 Medyan çapı 0,4 μm olan birlikte öğütme malzemesi için, kaplanmış kağıt yüzeyinin parlaklığı% 73 Tappi 75 derece ve % 45 DIN 75 derece idi.

Karşılaştırıldığında, medyan çapı 0.4 µm olan 100 parça GCC ile üretilen aynı kaplama % 70 Tappi 75 derece ve % 35 DIN 75 derece idi.

Medyan çapı 0,5 µm olan birlikte öğütme malzemesi için, kaplanmış kağıt yüzeyinin parlaklığı % 68 Tappi 75 derece ve % 40 DIN 75 derece idi.

- 5 Karşılaştırıldığında, medyan çapı 0.4 µm olan 100 parça GCC ile üretilen aynı kaplama % 63 derece75 Tappi ve % 35 DIN 75 derece idi.