

ÖZET

GCC ve PCC tipinde birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin belirli bir diklik faktörü ile elde edilmesi, elde edilen ürünler ve bunların kullanımları

5 Bu buluşun bir amacı, GCC (öğütülmüş kalsiyum karbonat) ve PCC (çökeltilmiş kalsiyum karbonat) içeren bir kalsiyum karbonat materyali elde etmek için bir yöntem sağlamaktır. Bu tür materyaller, örneğin kâğıt endüstrisinde, birçok alanda kullanım için uygundur.

İSTEMLER

- 1) En az 30 olan $d_{30}/d_{70} \times 100$ olarak tanımlanan bir diklik faktörü sunan GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin üretim işlemi olup aşağıdaki adımları içermesi **ile karakterize edilir:**
- 5 a) en az bir kalsiyum karbonat malzemesi sağlanması, isteğe bağlı olarak sulu süspansiyon şeklinde,
- b) birlikte GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi, isteğe bağlı olarak en az bir başka mineral madde ile,
- 10 c) isteğe bağlı olarak (b) adımından sonra elde edilen ortak öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin taranması ve/veya konsantre edilmesi,
- d) isteğe bağlı olarak (b) veya (c) adımından sonra elde edilen birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin kurutulması,
- 15 e) a) ile d) adımlarının uyarlanması, böylece sözü geçen birlikte öğütülmüş karbonat materyali, $d_{30}/d_{70} \times 100$ olarak tanımlanan en az 30 olan bir diklik faktörü sunar.
- 2) İstem 1'e göre yöntem olup sözü edilen birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin en az 40 olan $d_{30}/d_{70} \times 100$ olarak tanımlanan bir diklik faktörü sunması **ile karakterize edilir.**
- 20 3) İstem 1'e göre yöntem olup sözü edilen birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin en az 45 olan $d_{30}/d_{70} \times 100$ olarak tanımlanan bir diklik faktörü sunması **ile karakterize edilir.**
- 25 4) İstem 1 ile 3 arasındakilerden herhangi birine göre işlem olup (a) adımında, kalsiyum karbonat malzemesinin sulu süspansiyon olarak sağlanması ve bu sulu süspansiyonun kalsiyum karbonatın kuru ağırlığının %20 ile %80, tercihen %50 ile %75, en çok tercihen %50 ile %70 ini içermesi **ile karakterize edilir.**

- 5) İstem 1 ila 4 arasındakilerden herhangi birine göre işlem olup (a) adımı sulu süspansiyon formunda sağlanan kalsiyum karbonat malzemesinin GCC olması **ile karakterize edilir.**
- 5 6) İstem 1 ila 5 arasındakilerden herhangi birine göre işlem olup (c) adımının yürütülmesi **ile karakterize edilir.**
- 7) İstem 1 ila 6 arasındakilerden herhangi birine göre işlem olup (d) adımının yürütülmesi **ile karakterize edilir.**
- 8) İstem 1 ila 7 arasındakilerden herhangi birine göre işlem olup (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin sulu ortamda gerçekleştirilmesi **ile karakterize edilir**, burada kalsiyum karbonat konsantrasyonu %20 ila %80 arasında (kalsiyum karbonatın kuru ağırlığına göre), tercihen %50 ila %75 arasında, en çok tercihen %50 ila %70 arasında değişir.
- 10 9) İstem 1 ila 8 arasındakilerden herhangi birine göre işlem olup (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin talk, kil, Al₂O₃, TiO₂ veya bunların karışımları arasından seçilen en az diğer bir mineral malzemenin varlığında gerçekleştirilmesi **ile karakterize edilir.**
- 15 10) İstem 1 ila 9 arasındakilerden herhangi birine göre işlem olup (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 7'nin üzerinde bir pH'de meydana gelmesi **ile karakterize edilir.**
- 20 11) İstem 1 ila 10 arasındakilerden herhangi birine göre işlem olup GCC ve PCC'nin (b) adımı sırasında birlikte öğütülmesi sırasında öğütücü içeriği, 60°C'nin, tercihen 90°C'nin ve en çok tercihen 100°C'nin üstüne çıkarılan bir sıcaklığa tabi olması **ile karakterize edilir.**
- 25 12) İstem 1 ila 11 arasındakilerden herhangi birine göre işlem olup (b) adımı sırasında mevcut PCC'nin, toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 10 ila % 90'ını, tercihen toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 20 ila % 80'ini ve en çok tercihen toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 30 ila % 70'ini oluşturması **ile karakterize edilir.**

13) İstem 1 ila 12 arasındakilerden herhangi birine göre işlem olup özelliği (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin, taşlama ortamı olarak ceria içeren zirkonyum oksit taşlama boncuklarının varlığında yürütülmesi **ile karakterize edilir**, bu tür boncuklar aşağıdakilere sahiptir:

- 5 - sözü edilen boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça %14 ila %20 arasında, tercihen sözü edilen boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça %15 ila %18 arasında ve en çok tercihen sözü edilen boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça yaklaşık %16'lık bir ceria içeriği,
- 10 - taneciklerin sinterlenmesinden sonra sözü edilen boncukların 1 μm 'den az, tercihen 0.5 μm 'den az ve en çok tercihen 0.3 μm 'den az olan tanecikler formunda ortalama bir tane büyüklüğü.

14) GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin buluşa göre işleme elde edilmesi ve en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 diklik faktörü sunan sulu bir süspansiyon şeklinde olması **ile karakterize edilir**.

15) 15) GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin ve en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 diklik faktörü sunan kuru ürün formunda olması **ile karakterize edilir**.

20) 16) İstem 15'e göre birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesi olup mevcut PCC'nin toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 10 ila % 90'ını, tercihen toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 20 ila % 80'ini ve en çok tercihen toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının % 30 ila % 70'ini oluşturması **ile karakterize edilir**.

17) GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin, İstem 14 ila 16'dan herhangi birine göre, kağıtta ve özellikle kağıt kaplamalarında, boyalarda ve plastiklerde kullanımı.

TARİFNAME**GCC ve PCC tipinde birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin belirli bir diklik faktörü ile elde edilmesi, elde edilen ürünler ve bunların kullanımları****Açıklama**

5 Bu buluşun bir amacı, GCC (öğütülmüş kalsiyum karbonat) ve PCC (çökeltilmiş kalsiyum karbonat) içeren bir kalsiyum karbonat materyali elde etmek için bir yöntem sağlamaktır. Bu tür materyaller, örneğin kâğıt endüstrisinde, birçok alanda kullanım için uygundur.

10 Aynı zamanda, mevcut buluşun bir amacı, en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 olan özel bir diklik faktörü ile ($d_{30}/d_{70} \times 100$ olarak tanımlanır, burada dx, parçacıkların ağırlıkça %x'inin daha ince olduğu görelî eşdeğer küresel çaptır) GCC ve PCC'yi içeren kalsiyum karbonat materyali elde etmeye yönelik bir işlem sağlamasıdır. Bu bir malzeme, özellikle parlaklık açısından, bu tür bir malzemeyle kaplanmış kâğıdın üstün özelliklerine yol açar.

15 Mevcut buluşun bir amacı GCC ve PCC içeren, en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercih edilen şekilde en az 45 dik bir etkene sahip kalsiyum karbonat malzemesini elde etmek için bir yöntem sağlamaktır burada GCC ve PCC, muhtemelen en az başka bir mineral madde ile birlikte öğütülür.

20 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) yer almaktadır.

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

25 Kâğıt endüstrisi için kâğıt kaplama formülasyonlarında birçok türde mineral kullanılır. Kil, diğer mineral pigmentlere göre düşük maliyeti nedeniyle geleneksel olarak bu amaç için kullanılmıştır.

Kalsiyum karbonat (CaCO_3) hem kaplama hem de dolgu pigmenti olarak kullanılır ve özellikle nihai ürünün parlaklık, opaklık veya canlılık 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 olarak iki türde olabilir.

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, rombohedral ve/veya skalenohedral ve/veya aragonitik olabilir. Bu alanda uzman olan kişinin ihtiyaçlarına göre, bu GCC veya PCC ek olarak örneğin stearin ile yüzey işleme tabi tutulabilir.

Kaplamalı kâğıdın nihai özelliklerini daha kesin bir şekilde düzenlemek için her ikisinin de kâğıt kaplama formülasyonlarında bulunması ilgi çekici olabileceğinden dolayı, uzun yıllar boyunca, teknikte uzman bir kimseye GCC ve PCC içeren mineral bulamaçların temin edilmesi gerekmiştir. Kâğıt endüstrisinde hem doğal hem de çökeltilmiş kalsiyum karbonat kullanımı ile ilgili yayınlar örneğin, "PCC veya GCC, alkali dönüşümünde kalsiyum karbonat seçimini belirleyen faktörleri" (Kasım 1995 28. Kâğıt Hamuru ve Kâğıt Yıllık Toplantısı'nın ardından yayınlandı) ve "kaplanmamış ve kaplanmış tahta içermeyen kâğıtlar için birincil dolgu maddesi olarak GCC vs. PCC" yi (Tappi Journal 2000, 83(5), pp 76) içerir: bu yayınlar, kâğıt endüstrisinde kullanım için PCC/GCC karışımlarının özelliklerini ifade eder. " Tebeşir: yüksek doldurulmuş tabaka için bir kalsiyum karbonat " (TAPPI Proceedings, April 5-8 1992, Papermakers Conference, Book 2, Opryland Hotel, Nashville TN, , TAPPI Press, pp. 515-520) yayınında yazar, PCC ile ilişkili dezavantajların, bu mineralin GCC gibi diğer dolgu maddeleri ile birlikte kullanılmasıyla giderilebileceğini öne sürmektedir. En sonunda, "Kalsiyum karbonat pigmentleri ile kaplama yapısı ve kâğıda ve baskı parlaklığına etkisi" adlı yayında, (Pulp & Paper Canada, 2004, 105(9), pp. 43-46)," GCC ve PCC içeren farklı pigment karışımlarının, parlaklık ve baskı parlaklığı dahil olmak üzere 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 göründüklerinin altını çizmektedir. Bununla birlikte, bu yayınların hiçbiri, hem GCC hem de PCC'nin birlikte öğütülmesini ve

bu buluşun amaçlarından biri olan belirli bir diklik faktörüne sahip bir birlikte öğütülmüş ürün elde etme olasılığını öğretmez veya ortaya çıkarmaz.

Teknikte uzman kişinin kaplanmış kâğıdın nihai özelliklerinden bazılarını iyileştirme ihtiyacına daha fazla atıfta bulunarak, teknikte yetkin kişi için parlaklık gibi son ürünün bazı optik özelliklerini geliştirmek için ek bir ihtiyaç doğmuştur. Bu gereksinimle karşı karşıya kalan, teknikte uzman kişi, kağıt kaplama formülasyonunda kullanılan mineral malzemenin "diklik faktörünün" temel öneme sahip bir kriter olduğunu bilir: diklik faktörü için spesifik değerlerin seçimi, belirli bir mineral malzemenin seçimi ile bağlantılı olarak, kaplanmış kağıdın optik özelliklerinde bir iyileşmeye yol açabilmektedir. Bu noktada, başvuru sahibi diklik faktörünü tanımlamanın bilinen bir yolunun "dx eşdeğer küresel çapın (parçacıkların ağırlıkça %x'inin daha ince olduğu) dy eşdeğer küresel çapın (parçacıkların ağırlıkça %y'ninin daha ince olduğu), 100 ile çarpılması olduğunu belirtmektedir. Bu şekilde, bulamaç formunda veya kuru bir toz formunda belirli bir mineral malzeme için diklik faktörü, karşılık gelen granülometrik eğrinin dikliği olarak kabul edilebilir.

Bu alanda, teknikte uzman kişi, selüloz bazlı alt tabaka ve hafif kaplama baz kağıdında kullanılan kağıt kaplamalarda veya dolgu kompozisyonlarında yüksek derecede parlaklık, beyazlık ve flüoresansı hedefleyen WO 2003/089 524 no'lu patenti bilir. Önerilen çözelti, en az 90 GE parlaklığına ve en az 39 diklik faktörüne ($d_{30}/d_{70} \times 100$) sahip bir sulu kaolinden oluşur. Bu belgenin kalsiyum karbonat ile ilgili öğretiler sunmadığı belirtilmelidir, çünkü mucitlerin ihtiyaçlarından biri tam olarak bu mineralin kullanılmasından kaçınmaktır.

Önceki teknik ayrıca, belirli diklik faktörleriyle birlikte, tek tip bir kalsiyum karbonat kullanımıyla ilgili bazı dokümanları da ortaya koymaktadır. EP 0 894 836, bulamaç içinde aglomere edilmiş pigmentin ve ağırlık olarak %80-99'un 2 µm'nin altında olduğu ağırlıkça %50-90, 1 µm'nin altında olduğu, ve ağırlıkça %0-10'un, 0.2 µm'nin altında olduğu partikül ebadı dağılımına ve diklik faktörünün (ağırlıkça %50 çapa oranla ağırlıkça %20 çapa oran) 1.5-2.0 olduğu ve gözenekliliğin %45-65 olduğu aglomere karbonat içeren pigmentin ayrışmasını önleyen, ticari olarak temin edilebilir sudan oluşan bir bulamaç açıklanmaktadır. Bu buluş yalnızca kalsit, mermer ve tebeşir tipi doğal kalsiyum

karbonat ile ilgilidir; ayrıca, buluş bir dağıtma işleminde yatar ve yukarıda bahsedilen karbonat içeren pigmentin öğütülmesini öğretmediği açıktır. US 2002 155 055, kâğıtta kullanılmak üzere kalsiyum karbonat bileşimlerinin parçacık büyüklüğü dağılımının genişliğinin azaltılması sorununu ele almaktadır, ancak buluş sahipleri tarafından tanındığı gibi, sadece öğütülmüş kalsiyum karbonat üzerine odaklanmaktadır (bakınız [0007]). Önerilen çözelti, doğal kalsiyum karbonatın dağıtıcı içermeyen bir sulu süspansiyonunun oluşturulmasını ve diklik oranına (A) sahip bir kalsiyum karbonat bileşimi üretmek için süspansiyonun ıslak öğütülmesini ve süspansiyonun, (A) oranından daha küçük diklik oranına (B) sahip bir kalsiyum karbonat bileşimi üretmek üzere 35°C'nin altındaki bir sıcaklıkta olgunlaştırılması basamağını içeren bir işlemde yatmaktadır. Bu belgede, diklik faktörü, boyut dağılımı Sedigraph™ kullanılarak temsil edildiğinde, %25 kütlede parçacıkların ortalama çapına bölünen %75 kütlede parçacıkların ortalama çapı olarak tanımlanmaktadır.

En az bir başka mineral madde (ve özellikle kaolin) ile birlikte, tek tip veya her iki tipteki kalsiyum karbonatın (GCC ve PCC karışımları) kullanımıyla ve her malzemenin ve/veya son karışımın diklik faktörü için bazı özel değerlerin açıklanmasıyla ilgili önceki tekniğe ait belgeler de vardır. WO 2003/093 577, kâğıdın parlaklığını, opaklığını, canlılığını ve pürüzsüzlüğünü arttırmak için kâğıdın belirli formülasyon pigmentlerinin kâğıt kaplama formülasyonlarında yararlı olabileceğini öğretir. Bu pigmentler, PCC olan bir birinci bileşeni ve en az 25 olan bir şekil faktörü olan ve en az 20 dik olan bir işlenmiş parçacık halindeki sulu kaolin kili olan bir ikinci bileşeni veya küresel parçacık şekline sahip PCC olan ve en az 45 olan şekil faktörüne sahip olan işlenmiş parçacık sulu kaolin kili olan ikinci bileşen olan birinci bileşeni ve 0,5 µm'den küçük bir ortalama eşdeğer parçacık çapını veya PCC olan bir birinci bileşeni ve 25'ten daha az bir şekil faktörüne sahip olan işlenmiş parçacık halinde sulu kaolin kili olan ikinci bileşeni içerir. Ayrıca, WO 2002/016 509, kâğıdın optik özelliklerini ve kâğıt kaplamaların basılabilirliğini geliştirmek için, ortalama parçacık büyüklüğü 0.7-3 µm olan ve en az 60'lık bir şekil faktörü olan kaolinin kullanılması avantajlıdır; bu tür kaolin, talk, kalsiyum sülfat ve/veya alkalın toprak metal karbonat gibi başka bir dolgu maddesi ile birlikte kullanılabilir. Son olarak, WO 2000/066 510, blok kaolin kilinden üretilen ince bir kaolinin ve GCC veya PCC olabilen bir kalsiyum karbonatın karışımını içeren pigment bileşimlerini göstermektedir, buradaki her iki parçacık da, 0.8 µm'den küçük bir medyan parçacık boyutuna ve 38'den büyük olan 100

x d_{30}/d_{70} olarak tanımlanan diklik faktörüne sahiptir ve burada kaolin/karbonat ağırlık oranı 40/60, tercihen 50/50'dir, kaplanmış kağıdın optik özelliklerini ve basılabilirliğini iyileştirebilir. Bu son üç belge, kalsiyum karbonat (muhtemelen hem GCC hem de PCC tipinde) ve mutlaka mevcut buluşun bir gereği olmayan 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 öğretmezler veya göstermezler.

Mevcut buluşun kapsamından daha yakın, özellikle kaplanmış kâğıdın bazı optik özelliklerini geliştirmek için kâğıt formülasyonlarında kullanılmak üzere GCC ve PCC karışımlarının kullanımıyla ilgili belgeler de mevcuttur. DE 4 128 570, kâğıdın doldurulması ve kaplanması için belirtilen parçacık şekli ve büyüklüğüne sahip bir karbonat dolgu maddesi ve pigmenti açıklar, yüksek opaklık, beyazlık derecesi ve dolgu maddesi içeriği sunar. Bu tür bir karbonat dolgu maddesi ve pigment, bir gradyan faktörü (ağırlıkça%50/20'de μm içindeki partikül çapının oranı) 1.1-1.4 olan bir eşkenar dörtgen veya yuvarlak parçacık şekline, 8 ila 19 arasında değişen, 0.6 μm 'den daha küçük parçacıklardan daha inçe $1\mu\text{m}/\%$ parçacık oranı ve 0.4 ila 1.5 μm arasında değişen ortalama istatistik parçacık çapına sahiptir. Son olarak, W0 2004/059 079, öğütülmüş kalsiyum karbonat olan bir birinci pigment ve çökeltilmiş veya öğütülmüş kalsiyum karbonat olan bir ikinci pigment, karbonat, farklı boyut dağılım diklik faktörlerine sahip birinci ve ikinci pigmentler ($100 \times d_{30}/d_{70}$) içeren kâğıtta faydalı partiküllü pigment bileşimlerini açıklar. Daha kesin olarak, belirtilen tanecikli pigment bileşimi iki pigment bileşeni içerir. Birincisi, 30-45 diklik faktörüne sahip, parçacık GCC karbonatı içerir ve ikincisi 55-75 diklik faktörüne sahip PCC ve en fazla 0,5 μm çap sahip veya 40-55 diklik faktörüne sahip GCC içerir.

Öncelikle, bu iki belgenin hiçbirinin, mevcut buluşun amaçlarından biri olmayan nihai ürünün belirli bir diklik faktörünü açıklamadığı dikkate alınmalıdır. İkinci olarak, mevcut belgelerin hiçbiri GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesini göstermemektedir. Mevcut buluşların hem GCC hem de PCC kalsiyum karbonat tiplerinin karışımına dayandığı açıkça görülmektedir ve uzman kişi problemlerle karşılaşmaktadır. Belli 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 ilavesiyle aglomeralanması (bu kadar ince öğütülmüş PCC'nin ayrıştırılması için işlemler özellikle JP 2001 089 505, JP 56 104 713, US 6 143 065 veya US 5 279 663'te açıklanmaktadır) gerektiği gözlenmiştir. bu ekleme adımı PCC üretim sürecinde ek bir masrafı temsil eder; bu dağılma adımını düşük maliyetli bir şekilde gerçekleştirilmektedir. Son olarak, her bir bileşeni karıştırmadan önce ayrı ayrı öğütmek yerine GCC ve PCC'yi birlikte öğütmek, özellikle, daha sonra tarif edilen belirli serya-içeren boncuklar kullanılırken, öğütme verimliliğinde şaşırtıcı bir artış (istenen diklik faktörü ile nihai ürünleri elde etmek için gereken toplam spesifik enerjide azalma) gözlemlenmiştir.

- 10 Yukarıda belirtildiği gibi, teknikte uzman kişi için, kağıt üretiminde kullanım için hem GCC hem de PCC içeren mineral bulamaçların temin edilmesine ihtiyaç vardır, kkaplanmış kağıdın optik özellikleri, özellikle, GCC ve PCC'nin basit bir şekilde karıştırılması durumunda, gerektiğinde, aglomere PCC'nin ilave maliyetli basamağını önlemek için, maliyet etkin bir şekilde geliştirilir.
- 15 Mevcut buluşla, önceki teknikte mevcut dezavantajları olmayan, hem GCC hem de PCC içeren bir kalsiyum karbonat mineral materyali üretmenin yeni bir işlemi şaşırtıcı bir şekilde bulunmuştur. Bu işlem, en az %30, tercihen en az %40 ve en çok tercihen en az %45 bir diklik faktörü sunan, muhtemelen en az bir başka mineral madde ile birlikte GCC ve PCC'yi birleştirme adımını içeren GCC ve PCC tipindeki ortak öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin hazırlanmasına yönelik bir işlemde yatmaktadır.

Daha kesin olarak, buluş, en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 olan bir diklik faktörü sunan, GCC ve PCC tipinde birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin üretilmesine yönelik işlemde yatmaktadır ve aşağıda belirtilen adımlarla karakterize edilir:

- 25 a) isteğe bağlı olarak sulu süspansiyon şeklinde en az bir kalsiyum karbonat malzemesi sağlanması,
- b) isteğe bağlı olarak en az bir başka mineral madde ile birlikte GCC ve PCC'yi birlikte öğütmek,
- c) isteğe bağlı (b) adımından sonra elde edilen ortak öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin taranması ve/veya konsantre edilmesi,
- 30

- d) isteğe bağlı olarak (b) veya (c) adımından sonra elde edilen birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin kurutulması
- e) a) ila d) adımlarının uyarlanması böylece sözü geçen birlikte öğütülmüş karbonat materyali, $d_{30}/d_{70} \times 100$ olarak tanımlanan en az 30 olan bir diklik faktörü sunar.

5 Bu işlem, teknikte uzman bir kimsenin sulu bir süspansiyon formunda ve/veya özellikle kağıt endüstrisinde kullanılabilecek hem GCC hem de PCC içeren kuru bir ürün formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali elde etmesini sağlar. Ayrıca ve nihai ürünün diklik faktörü ile ilgili spesifik seçim nedeniyle, kaplanmış kağıtta en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 olan yüksek parlaklık özelliklerine sahip
10 olunur.

Son olarak, ortak öğütme adımını takiben, önemli ilave PCC dağılması artık gerekli değildir: bu nedenle, buluşa göre olan işlem, bir PCC'nin ilk dağılmasını gerektiren, hem GCC hem de PCC'nin basit bir şekilde karıştırılmasını gerektiren önceki tekniğin işlemlerinden daha ucuz olduğu bulunmuştur. Son olarak, her bir bileşeni karıştırmadan
15 önce ayrı ayrı öğütmek yerine GCC ve PCC'yi birlikte öğütürken, özellikle, daha sonra tarif edilen belirli serya-içeren boncuklar kullanılırken, öğütme verimliliğinde şaşırtıcı bir artış (istenen diklik faktörü ile nihai ürünleri elde etmek için gereken toplam spesifik enerjide azalma) gözlemlenmiştir.

Başvuru sahibi ayrıca, PCC karışımı içeren %25-75 katı konsantrasyonlu bir sulu bulamaç
20 veya kurutulmuş ıslak pasta içeren ve 1000 cp'nin (25°C) altında viskoziteye sahip bir bulamaç vermek üzere karıştırıcıda dağıtılan bir viskozite düşürücü maddeyi açıklayan ve 0.2-3 µm'lik medyan çaplı kalsiyum karbonat parçacıkları 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
25 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 medyan çapında kalsiyum karbonat parçacıkları içeren bir ürün sulu bulamacını vermek üzere bir kum öğütme değirmeni içinde dağıtılır. EP 0 850 880 patenti, GCC bileşeni ıslak zeminde olduğunda, bu buluşun çözdüğünden farklı bir teknik problem olan ıslak kesme
30 reolojisi zorluklarına karşı koyan bir çözüm olarak yukarıdaki işlemi öğretir. Buna karşılık,

mevcut buluşta, ilk olarak, ıslak bir öğütmenin, parlaklık kaybı olmadan da kabul edilebilir olduğu bulunmuştur. Ayrıca, patent sahibi, GCC'nin kuru bir şekilde öğütülmesini gerektiren bu işlemle üretim işleminde herhangi bir kazanca değinmemektedir. Ayrıca, patent sahibi, GCC'nin kuru bir şekilde öğütülmesini gerektiren bu işlemle üretim işleminde herhangi bir kazanca değinmemektedir. Son olarak, mevcut patent enerji açısından ekonomik bir işlemle parlaklığın iyileştirilmesi için istenen bir diklik faktörüne ulaşılabileceğini göstermemektedir.

Buluşun birinci amacı, GCC ve PCC içeren bir birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin üretilmesi ve en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 diklik faktörü sunan bir işlemde oluşur ve aşağıdaki adımları içermesi ile karakterize edilmektedir.

- a) isteğe bağlı olarak sulu süspansiyon şeklinde en az bir kalsiyum karbonat malzemesi sağlanması,
- b) isteğe bağlı olarak en az bir başka mineral madde ile birlikte GCC ve PCC'yi birlikte öğütmek,
- c) isteğe bağlı olarak (b) adımından sonra elde edilen ortak kalsiyum karbonat malzemesinin taranması ve/veya konsantre edilmesi,
- d) isteğe bağlı olarak (b) veya (c) adımından sonra elde edilen ortak öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin kurutulması
- e) a) ile d) adımlarının, bahsedilen ortak öğütülmüş karbonat malzemesinin, $d_{30}/d_{70} \times 100$ olarak tanımlanan en az 30 olan bir diklik faktörü sunacağı şekilde uyarlanması.

Buluşa göre işlem, (a) basamağında karakterize edilir, kalsiyum karbonat materyali sulu bir süspansiyon olarak sağlanır ve bu sulu süspansiyon, kuru ağırlığına göre %20 ila %80 oranında, tercihen %50 ila %75 ve en çok tercih edilen durumda %50 ila %70 oranında kalsiyum karbonat içerir. Bahsedilen sulu süspansiyon, kalsiyum karbonat maddesinin bir ıslak kek biçiminde dağılmasından kaynaklanabilir. Bu spesifik uygulamaya göre, buluşa göre olan işlem aynı zamanda, bir sulu süspansiyon biçiminde sağlanan kalsiyum karbonat malzemesinin GCC olması ile karakterize edilir.

Bu özel uygulamada, ıslak öğütülmüş doğal kalsiyum karbonat, (b) adımından önce, örneğin köpüklü yüzdürme yoluyla silikat safsızlıkları gibi safsızlıkların giderilmesine olanak sağlayan ıslak zenginleştirme adımına tabi tutulabilir.

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

Başka bir uygulamada, buluşa göre olan işlem, ayrıca (d) adımının gerçekleştirilmesiyle de karakterize edilir.

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

15 Buluşa göre işlem, %0 ila 2, tercihen %0,2 ila 1,4 ve en çok tercihen %0,5 ila %1,2 arasında değişen toplam kuru mineral malzemeye göre %ağırlıkça mevcut olan en az bir dağıtma ve/veya öğütme yardım maddesi b) adımında birlikte öğütmeden önce, sırasında veya sonrasında eklenebilir.

20 (b) adımında birlikte öğütmeden önce, sırasında veya sonrasında eklenebilir. 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 tür homo ve kopolimerler ile kombinasyon halinde kullanabilir.

Bu tür dağıtıcılar, 3000 mPa.s'den daha az, tercihen 25°C'de ölçülen 1000 mPa.s'den daha az kararlı bir Brookfield™ viskozitesi elde etmek için eklenebilir.

25 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 edilir.

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 öğütülmesi 7 üzeri pH'da gerçekleşmesi ile karakterize edilir.

5 Başka bir uygulamada, buluşa göre olan işlem aynı zamanda, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 10 üzeri bir pH'da gerçekleşmesi ile karakterize edilir.

Başka bir uygulamada, buluşa göre olan işlem aynı zamanda, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 11 üzeri bir pH'da gerçekleşmesi ile karakterize edilir.

10 Bu pH artışı, örneğin aşağıdakilerden birinin veya daha fazlasının sonucu olabilir: bir baz, tercihen bir mono veya iki değerli katyonun bir bazının, en çok tercihen sodyum veya kalsiyumun eklenmesiyle, biyositin alkalın preparasyonunun eklenmesiyle veya PCC ve GCC'nin birlikte öğütülmesi sırasında olduğu gibi bir malzemenin öğütülmesi sırasında bir Ca (OH) 2 gibi bir hidroksit salınımı ile artış sağlanır. Başvuru sahibi, halihazırda öğütme basamağı (b) 'de eklenebilecek biyositlerden bahseden mevcut patent başvurusunun yapıldığı tarihte henüz yayımlanmamış 05 00779 sayılı Fransız patent başvurusunu 15 bildiğini belirtmektedir.

Buluşa göre olan işlem ayrıca, öğütücü içeriğinin, (b) adımı sırasında, 60°C'nin üstünde, tercihen 90°C'nin üstünde ve en çok tercihen 100°C'nin üstünde bir sıcaklık artışına maruz kalmasıyla karakterize edilir.

20 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.

25 Buluşa göre işlem ayrıca, (b) adımı sırasında birlikte öğütmenin toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının %10 ila %90'ını, tercihen toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının %20 ila %80'ini ve en çok tercihen %30 ila %70'ini oluşturduğu durumda PCC'nin mevcut olmasıyla karakterize edilir.

Buluşa göre olan işlem, ayrıca (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin, öğütme ortamı olarak ceria içeren zirkonyum oksit öğütme boncuklarının mevcudiyetinde gerçekleştirilmesi ile karakterize edilir:

- 5 - söz konusu boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça %14 ila %20 arasında bir serya içeriği, tercihen söz konusu boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça %15 ila %18 arasında serya içeriği ve en çok tercihen, söz konusu boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça yaklaşık %16 serya içeriğine sahiptir; ve
- 10 - söz konusu tanecikleri 1 μm 'den küçük, tercihen 0.5 μm 'den küçük ve en çok tercihen 0.3 μm 'den küçük olan taneciklerin sinterlenmesinden sonra ortalama tane büyüklüğü.

Bu tane büyüklüğü, boncukların taramalı elektron mikroskobu görüntülerinin analizi ile belirlenir. Boncuk serya içeriği ICP Optik Emisyon Spektrometresi ile analiz edilir.

Buluşa göre işlem, taneciklerin 0.2 mm ila 1.5 mm arasında, tercihen 0.4 mm ila 1.0 mm arasında öğütülmeden önce orijinal bir çapa sahip olmasıyla da karakterize edilir.

- 15 Mevcut buluşun bir başka amacı, GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinde yatmaktadır, buluşa göre işlem ile elde edilmesi ile karakterize edilir.

- 20 Mevcut buluşun bir başka amacı, GCC ve PCC içeren kalsiyum karbonat malzemesinde yatmaktadır, karakteristik özelliği sulu süspansiyon şeklinde olması ve en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercih edildiği haliyle en az 45'lik diklik faktörü sunmasıdır.

- 25 Yukarıdaki uygulamaya göre, sulu süspansiyon formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyalinin kalsiyum karbonat malzemenin kuru ağırlığına bağlı olarak %20 ila %80 arasında, tercihen kalsiyum karbonat malzemenin kuru ağırlığına bağlı olarak %40 ila %75 arasında ve en çok tercihen kalsiyum karbonat malzemenin kuru ağırlığına bağlı olarak %60 ila %70 arasında değişen miktarda içermesiyle karakterize edilir.

Sulu bir süspansiyon formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali, PCC'nin toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının %10 ila %90'ını, tercihen toplam kombine PCC'nin

%20 ila %80'ini ve en çok tercihen PCC ve GCC ağırlığının toplamının %30 ila %70'ini oluşturmasıyla karakterize edilir.

Sulu bir süspansiyon formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca 0.2 μm ila 2.0 μm , tercihen 0.2 μm ila 0.8 μm ve en çok tercih edilen durumda 0.25 μm ila 0.45 μm 'lik bir d_{50} 'ye sahip olması ile karakterize edilir. Bu d_{50} , bir Sedigraph™ 5100 kullanılarak ölçülmüştür.

Sulu süspansiyon formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca sulu süspansiyonun en az bir dağıtıcı ve/veya öğütme yardım maddesi içermesi ile karakterize edilir, bu tür dağıtma ve/veya öğütme yardım maddesi toplam kuru mineral maddeye göre %0 ila %2, tercihen %0,2 ila %1,4, en çok tercihen %0,5 ila %1,2 arasında değişen bir ağırlıkta bulunur.

Sulu bir süspansiyon formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca, 40 μm 'lik bir elek içinden geçen bulamaç suyunun, 1000 ppm'den az ZrO₂ ve 200 ppm'den az CeO₂ ihtiva etmesiyle karakterize edilir. ZrO₂ ve CeO₂ içerikleri ICP-OES ile belirlenir.

Sulu bir süspansiyon formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali, ayrıca bulamaç suyunun, 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 edilir.

Sulu süspansiyon formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca aşağıdakileri içermesiyle karakterize edilir:

- 20 - %80'den büyük, tercihen %85'ten büyük, daha tercihen %90'dan büyük ve daha da tercihen %95'den büyük parçacık parçacıkları 1 μm 'den daha ince parçacıkların bir kısmı
- 25 m²/g'den daha az bir BET özgül yüzey alanı.

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

Mevcut buluşun bir başka amacı, GCC ve PCC içeren ortak öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinde yatmaktadır, karakterize edici özelliği en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercih edildiği durumda en az 45 diklik faktörü sunan kuru bir ürün şeklinde olmasıdır.

- 5 Kuru bir ürün formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının %10 ila %90'ını, tercihen toplam kombine PCC'nin %20 ila %80'ini ve en çok tercihen toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının %30 ila %70'i arasında olmasıyla karakterize edilir.

- 10 Kuru ürün formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca aşağıdakileri içermesiyle karakterize edilir:

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

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

- 20 Kuru bir ürün formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca d₅₀'nin 0.2 µm ila 2.0 µm, tercihen 0.2 µm ila 0.8 µm ve en çok tercihen 0.25 µm ila 0.45 µm'ye sahip olması ile karakterize edilir. Bu d₅₀, bir Sedigraph™ 5100 kullanılarak ölçülür.

Kuru bir ürün formunda birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali ayrıca 4 ila 6.5, tercihen 4,6 ila 5,7 ve en çok tercihen 5,3 olan bir ZrO₂/CeO₂ ağırlık oranına sahip olmasıyla karakterize edilir.

- 25 Son olarak, mevcut buluşun bir başka amacı, GCC ve PCC içeren, buluşa göre ortak öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin, mineral maddeden yararlanan herhangi bir sektörde ve özellikle de kağıt, boya ve plastik endüstrilerinde kullanılmasıdır.

ÖRNEKLER

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

Medyan çap (d_{50}) ve verilen çap değerinin altında bir çapa sahip parçacıkların oranı, bir Sedigraph™ 5100 kullanılarak ölçülmüştür.

Örnek 1- Karşılaştırmalı Örnek

- 5 Ortalama çapı 1.5 um olan öğütülmüş kalsiyum karbonat, aşağıdaki katkı maddelerinin mevcudiyetinde %74.5 katı içeriğinde ıslak öğütüldü: %1.51 sodyum poliakrilat, 0.45 mm'lik bir medyan boncuk çapı, toplam boncuk ağırlığına göre ağırlıkça%16'lık bir CeO₂ içeriği ve 0.4 mm'lik sinterleme sonrası tane büyüklüğü (SEM görüntülerinin değerlendirilmesi ile belirlenir) içeren ceria içeren zirkonyum oksit öğütme boncuklarını
- 10 içeren iki geçişli bir işlemde gerçekleştirilir (SEM görüntülerinin değerlendirilmesi ile belirlenir). Dik etkenlik faktörü yaklaşık %35 olan nihai bir GCC elde etmek için gereken özgül öğütme enerjisi 270 kWh/t'dir.

- Daha sonra %75 oranında seyreltilmiş katı madde içeriğine sahip öğütülmüş GCC malzemesinin bulamacı, daha sonra, aşağıdaki bileşen oranlarından oluşan standart bir
- 15 kâğıt kaplama formülasyonuna ilave edildi:

- 100 parça öğütülmüş GCC malzemesi
- 10,5 parça SBR lateks
- 0.5 parça sentetik kalınlaştırıcı
- 0.2 parça polivinil alkol
- 20 0.2 parça optik parlaticı madde

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

Kaplanmış kâğıt yüzeyinin parlaklığı %70 Tappi 75 °ydi.

Örnek 2 - Buluşa göre işlemin gösterimi

Medyan GCC çapı 1.4 µm olan %76 katı kalsiyum karbonat içeren katı içerik bulamacı, medyan PCC çapı 0.75 µm olan %51 katı içerikli bir PCC bulamacı mevcudiyetinde öğütüldü. Değirmendeki PCC - GCC ağırlık oranı 50:50'ydü. Değirmendeki bulamacın toplam katı içeriği %61 ve medyan çapı 1.1'di. Öğütücü içerikleri, aşağıdaki toplam katkı maddelerinin varlığında birlikte öğütülür: 0.45 mm'lik bir medyan boncuk çapına, toplam boncuk ağırlığına göre ağırlıkça %16'lık bir CeO₂ içeriğine ve 0,4 µm ile sinterlendikten sonra tane büyüklüğüne sahip olan ceria içeren zirkonyum oksit öğütme boncukları kullanılarak (SEM görüntülerinin değerlendirilmesi ile belirlenir) ağırlıkça %0.95 sodyum poliakrilat ile öğütülür. Yaklaşık %42 diklik faktörlü bir nihai ortak öğütülmüş ürün elde etmek için gereken spesifik öğütme enerjisi 200 kWh/t'dir.

Daha sonra, aşağıdaki ağırlık oranlarından oluşan standart bir kağıt kaplama formülasyonuna, %70.2'lik bir katı içeriğine sahip olan birlikte işlenen malzemenin elde edilen bulamacı ilave edildi:

- 100 parça birlikte işlenmiş malzeme
- 15 10.5 parça SBR lateks
- 0.5 parça sentetik kalınlaştırıcı
- 0.2 parça polivinil alkol
- 0.2 parça optik parlaticı madde

Yukarıdaki kaplama %68'lik bir nihai katı içeriğine 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 800 m/dk kalender hızı, 200 kN/cm kalender yükü ve 105°C sıcaklık kalenderleme koşulları altında bir süper kalender kullanılarak perdahlandı.

Kaplanmış kâğıt yüzeyinin parlaklığı %72 Tappi 75°'ydi.

25 Yukarıdaki sonuçlar Tablo 1'de özetlenmiştir.

	Örnek 1	Örnek 2
Nihai öğütülmüş üründe 1 µm'den ince parçacıkların fraksiyonu	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
Ürünü içeren formülasyon ile kaplı kağıdın Tappi parlaklığı	70%	72%
Ürünü içeren formülasyonla kaplı kağıdın parlaklığı	95.1 %	96.5 %
Ürünü içeren formülasyonla kaplı kağıdın opaklığı	89.7 %	90.2 %

Tablo 1, buluşa göre olan işlemin daha az spesifik öğütme enerjisi gerektirdiğini ve önceki tekniğin işlemine göre eşit/geliştirilmiş bir parlaklığa yol açtığını göstermektedir.

Örnek 3- Karşılaştırmalı örnek

- 5 Bu örnek, her bileşenin karıştırılmadan önce ilk önce ayrı olarak öğütüldüğü bir PCC ve GCC karışımını gösterir.

10 Tablo 2'deki Örnek 3'te belirtilen özelliklere sahip olan bir %48 katı sulu PCC başlangıç maddesi bulamacı, bir ortam çapına 0.6 ila 1.0 mm öğütmeden önce boncuk çapına sahip itriyum-stabilize zirkonyum silikat öğütme boncukları kullanılarak öğütüldü. Tablo 2'de belirtilen nihai malzeme özelliklerine sahip bir PCC uç malzemesi elde etmek için toplam 50 kWh/t spesifik öğütme enerjisi harcanmıştır. Daha sonra bu konsantre PCC bulamacının nihai katı içeriği %68'di.

15 Ayrı olarak, Tablo 2'deki Örnek 3'te belirtilen özelliklere sahip olan bir %74 katı GCC başlangıç malzemesinin sulu bulamacı, bir ortam çapında 0.6 ila 1.0 mm öğütmeden önce bir boncuk çapına sahip itriyum-stabilize edilmiş zirkonyum silikat öğütme boncukları kullanılarak öğütüldü. Tablo 2'de belirtilen uç malzeme özelliklerine sahip bir GCC uç malzemesi elde etmek için toplam 210 kWh/t spesifik öğütme enerjisi harcanmıştır. Bu GCC bulamacının nihai katı içeriği %75'di.

20 PCC ve GCC bulamaçları daha sonra bir PCC: GCC ağırlık oranı 30: 70 olan bir PCC/GCC harman malzemesi elde etmek üzere karıştırıldı. Bu bulamaç daha sonra, aşağıdaki

ağırlık oranlarındaki bileşenlerden oluşan standart bir kağıt kaplama formülasyonuna ilave edildi:

- 100 parça PCC/GCC karışım malzemesi
- 10.5 parça SBR lateks
- 5 0.5 parça sentetik kalınlaştırıcı
- 0.2 parça polivinil alkol
- 0.2 parça optik parlatici madde

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

Kaplanmış kâğıt yüzeyinin optik özellikleri Tablo 2'de verilmiştir.

Örnek 4 - Buluşa göre örnek

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

Tablo 2'de Örnek 4'te listelenen özellikleri sunan %74 katı içerikli toprak kalsiyum karbonat bulamacı, bir ortam değirmeninde Tablo 2'de Örnek 4 altında listelenen özelliklere sahip %48 katı içerikli bir PCC bulamacı varlığında öğütüldü. Değirmendeki PCC - GCC ağırlık oranı 30: 70'tir ve katı madde içeriği %65.9'dur. Öğütücü içerikleri, 0.6 20 ila 1.0 mm öğütmeden önce bir boncuk çapına sahip itriyum-stabilize zirkonyum silikat öğütme boncukları kullanılarak birlikte öğütüldü. Tablo 2'de belirtilen nihai malzeme özelliklerine sahip bir GCC/PCC ortak topraklama malzemesi elde etmek için toplam 116 kWh/t spesifik öğütme enerjisi harcanmıştır. Bu GCC bulamacının nihai katı içeriği %70.3'ydü.

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

- 100 parça PCC/GCC ortak öğütme malzemesi
- 10.5 parça SBR lateks
- 0.5 parça sentetik kalınlaştırıcı

0.2 parça polivinil alkol

0.2 parça optik parlatıcı madde

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

Kaplanmış kağıt yüzeyinin optik özellikleri Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2:

Ürün Adı		Örnek 3: PCC/GCC Karışım Malzemesi	Örnek 4: PCC/GCC Birlikte Öğütme Malzemesi
Başlangıç malzemesi özellikleri			
GCC	d ₅₀ (µm)	1.4	1.4
	Dıklık faktörü	28	28
PCC	d ₅₀ (µm)	0.75	0.75
	Dıklık faktörü	55	55
Bitiş malzemesi özellikleri			
GCC	d ₅₀ (µm)	0.40	--
	Dıklık faktörü	34	--
PCC	d ₅₀ (µm)	0.38	--
	Dıklık faktörü	40	--
PCC / GCC	PCC/GCC weight ratio	30/70	30/70
	d ₅₀ (µm)	0.38	0.40
	Dıklık faktörü	37	38
	Çapı 2 µm'den az olan parçacıkların bölümü(%)	89.5	88.8
	BET özgül yüzey alanı (g/m ²)	18.1	18.2
Toplam spesifik öğütme enerjisi		162 kWh/t	116 kWh/t
Son malzeme ile kaplanmış kağıdın özellikleri			
Kağıt parlaklığı (Tappi 75')		70.5 %	72 %
Opaklık		90.4 %	90.5 %
Parlaklık R457		97.9 %	97.9 %

10

Tablo 2, buluşa göre birlikte öğütülmüş PCC/GCC malzemesi hazırlama işleminin, PCC ve GCC'nin karşılaştırılabilir bir karışımını hazırlamak için, herhangi bir kayıp olmaksızın veya optik özelliklerde bir iyileştirme ile hazırlamak için gerekli olandan daha az öğütme enerjisi gerektirdiğini göstermektedir.

15 Örnek 5

Bu örnek, buluşa göre bir işlemin kullanımını göstermektedir burada doğal kalsiyum karbonat, çökeltmiş kalsiyum karbonat ve kil içeren 3 mineral, söz konusu boncukun toplam ağırlığına göre ağırlıkça %16 oranında bir ceria içeriği, 0,4 µm'lik söz konusu boncuğu oluşturan taneciklerin sinterlenmesinden sonra ortalama bir tane büyüklüğüyle ve 0,45 µm'lik medyan boncuk çapıyla ceria içeren zirkonyum oksit öğütme boncuklarının kullanılmasıyla birlikte öğütülür. Birlikte öğütme materyali daha sonra bir baz kağıdın kaplanması için kullanılan bir kaplama formülasyonuna eklenir ve elde edilen parlaklık ölçülür.

Aşağıdaki malzemeler birlikte öğütüldü:

- 10 - 1.4 mikron m Medyan bir GCC çapı sunan ve ağırlıkça %0.27 (kuru ağırlıkta GCC) bir akrilik asit homopolimeri kullanılarak hazırlanan %74 katı içerikli öğütülmüş kalsiyum karbonat bulamacı
- %51 katı içerikli bir PCC bulamacının ortalama PCC çapı 0.8 mikron m olan ve %0.7 ağırlık (PCC'nin kuru ağırlığı ile) akrilik asit homopolimeri kullanılarak hazırlanmış olan,
- 15 - ve %68 katı madde içerikli HUBER (Lithoprint™ adı altında Tescilli Ticari Marka) tarafından ticari hale getirilmiş kil bulamacı.

Değirmendeki PCC: GCC: kil ağırlık oranı 45:45:10'di.

Değirmen içerisindeki bulamacın toplam katı içeriği %72'ydi ve buluşu gösteren 2 test için medyan çapı 0.4 ve 0.5 µm'ydi.

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

- sırasıyla akrilik asit bir homopolimerinden sırasıyla ağırlıkça %0.4 ve %0.2 oranında (mineral maddenin kuru ağırlığına göre), karboksilik fonksiyonların %14 mol'ü sodyum hidroksit ile nötrleştirilir, molekül ağırlığı 5 600 g/mol ve 2.4'e eşit bir polidispersite bulunur,
- 25 - sırasıyla 0.4 ve 0.5 µm'lik bir medyan çap sergileyen birlikte öğütülmüş malzemeye neden olan 0.45 µm'lik bir ortalama boncuk çapı, toplam boncuk ağırlığına göre ağırlıkça %16'lık bir CeO₂ içeriği ve 0.45 µm'lik sinterlendikten

sonra tane büyüklüğü içeren ceria içeren zirkonyum oksit öğütme taneciklerinin kullanılması

Birlikte işlenen malzemedен elde edilen 2 bulamaç daha sonra aşağıdaki ağırlık bileşenlerinden oluşan standart bir kağıt kaplama formülasyonuna ilave edildi:

- 5 100 parça ortak işlenmiş malzeme
11 parça SBR lateks (DOW CHEMICALS™ tarafından ticari olarak satılan DL 966)
0.5 parça sentetik kalınlaştırıcı (FINNFIX™ tarafından ticari olarak satılan CMC FF5)
0.4 parça polivinil alkol (CLARIANT™ tarafından ticari olarak satılan PVA 4-98)
- 10 0.6 parça optik parlatici madde (BAYER™ tarafından ticari olarak satılan Blancophor™ P)

Yukarıdaki kaplama, 10 g/m² kenar kaplama ağırlığında 78 g/m² gramajlı standart bir üst kat bazlı kağıda uygulanmıştır. Bu kaplanmış baz kağıt daha sonra 300 m/dk kalender hızı, 170 kN/cm kalender yükü ve 80°C'lik bir sıcaklık kalenderleme koşulları altında bir süper kalender kullanılarak perdahlandı..

Medyan çapı 0.4 µm olan kaplama malzemesi için, kaplanmış kağıt yüzeyinin parlaklığı %73 Tappi 75 ve %45 DIN 75 derecedeydi..

Karşılaştırma yapıldığında, medyan çapı 0.4 µm olan GCC'nin 100 parçasıyla üretilen aynı kaplama %70 Tappi 75 derece ve %35 DIN 75 derecedeydi.

- 20 Medyan çapı 0.5 µm olan öğütme malzemesi için kaplanmış kağıt yüzeyinin parlaklığı %68 Tappi 75°ve %40 DIN 75° idi.

Karşılaştırma yapılırsa, medyan çapı 0,4 µm olan 100 parça GCC ile üretilen aynı kaplama %63 Tappi 75° ve %33 DIN 75° olmuştur.