

## ÖZET

### MİKRO YAPILI KOMPOZİT PARÇACIKLAR

- 5 Büyük parçacıkların küçük parçacıklar ile birleştirildiği bir yöntem ile elde edilebilen mikro yapıli kompozit parçacıklardır, burada - büyük parçacıklar 0,1  $\mu\text{m}$  ila 10 mm aralığında bir ortalama parçacık çapına sahiptir, - küçük parçacıkların ortalama parçacık çapı, büyük parçacıkların ortalama parçacık çapının en fazla 1/10'i kadardır, - büyük parçacıklar en az bir polimeri
- 10 içermektedir, - küçük parçacıkların en az bir kalsiyum tuzunu içermektedir, - küçük parçacıklar, ortalama parçacık büyüklüğü 0,01  $\mu\text{m}$  ila 1,0 mm aralığında olan çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıklarını içermektedir ve/veya büyük parçacıklar, sayısal ortalama moleköl ağırlığı 500 g/mol ila 1.000.000 g/mol aralığında olan en az bir tekrar emilebilir poliesteri içermektedir. Kompozit
- 15 parçacıklar, tercihen, biyomedikal mühendislik ve/veya mikro teknoloji alanındaki uygulamalar için bileşenlerin üretilmesi için ve/veya köpürtülmüş cisimlerin üretilmesi için katkı olarak, bilhassa polimer katkısı olarak, etki artırıcı madde veya başlangıç malzemesi olarak kullanılmaktadır.

## İSTEMLER

1. Büyük parçacıkların küçük parçacıklar ile birleştirildiği bir yöntem ile elde edilebilen mikro yapılı kompozit parçacıklardır, burada
  - büyük parçacıklar 0,1  $\mu\text{m}$  ila 10 mm aralığında bir ortalama parçacık çapına sahiptir,
  - küçük parçacıkların ortalama parçacık çapı, büyük parçacıkların ortalama parçacık çapının en fazla 1/10'i kadardır,
  - büyük parçacıklar en az bir polimeri içermektedir,
  - küçük parçacıklar kalsiyum karbonat içermektedir,
  - küçük parçacıklar, büyük parçacıkların yüzeyinin üzerine düzenlenmiştir ve/veya büyük parçacıkların içine homojen olmayan şekilde dağıtılmıştır,
- küçük parçacıkların, ortalama parçacık büyüklüğü 0,01  $\mu\text{m}$  ila 1,0 mm aralığında olan çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıklarını içeriyor olması **ile karakterize edilir.**
2. İstem 1'e göre kompozit parçacıklardır, kalsiyum karbonatın, 5'ten küçük olan bir görünüş oranına sahip olması **ile karakterize edilir.**
3. İstem 1 veya 2'ye göre kompozit parçacıklardır, kalsiyum karbonatın, küre şeklinde olan kalsiyum karbonatı içeriyor olması **ile karakterize edilir.**
4. Yukarıdaki istemlerden en az bir tanesine göre kompozit parçacıklardır, kalsiyum karbonatın stabilize edilmiş kalsiyum karbonat parçacıklarını içeriyor olması **ile karakterize edilir**, burada kalsiyum karbonat parçacıkları, 100 g/mol'den daha büyük bir molar kütleye sahip olan ve R- $X_n$  formülünü sağlayan en az bir maddeyi içermektedir, burada radikal R en az bir karbon atomunu içeren bir radikali temsil etmektedir, radikal X,

en az bir oksijen atomunu ve ayrıca en az bir karbon atomunu, kükürt atomunu, fosfor atomunu ve/veya nitrojen atomunu içeren bir grubu temsil etmektedir ve n tercihen 1 ila 20 aralığına bir tam sayıyı teşkil etmektedir.

- 5 5. İstem 1'e göre kompozit parçacıklardır, büyük parçacıkların, en az bir termoplastik polimeri içeriyor olması **ile karakterize edilir.**
6. İstem 1'e göre kompozit parçacıklardır, büyük parçacıkların, en az bir tekrar emilebilir polimeri içeriyor olması **ile karakterize edilir.**
- 10 7. Yukarıdaki istemlerden en az bir tanesine göre kompozit parçacıklardır, büyük parçacıkların poli-D-, poli-L- ve/veya poli-D,L-laktik asit içeriyor olması **ile karakterize edilir.**
- 15 8. Yukarıdaki istemlerden en az bir tanesine göre kompozit parçacıklardır, büyük parçacıkların en az bir poliamid'i içeriyor olması **ile karakterize edilir.**
- 20 9. Yukarıdaki istemlerden en az bir tanesine göre kompozit parçacıklardır, küçük parçacıkların en az bir kalsiyum fosfatı içeriyor olması **ile karakterize edilir.**
- 25 10. İstem 9'a göre kompozit parçacıklardır, küçük parçacıkların  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ,  $\text{CaHPO}_4$ ,  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$  ve/veya  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$  içeriyor olması **ile karakterize edilir.**
- 30 11. Yukarıdaki istemlerden en az bir tanesine göre kompozit parçacıklardır, kompozit parçacıkların, bir çekirdeği ve bir kılıfı içeriyor olması **ile karakterize edilir**, burada çekirdek 0,5  $\mu\text{m}$  ila 2,0 mm aralığında bir ortalama çapa ve kılıf, çekirdek çapına göre en fazla % 20 olan bir ortalama kalınlığa sahiptir.

12. Yukarıdaki istemlerden en az bir tanesine göre kompozit parçacıklardır, kalsiyum karbonatın ağırlıkça oranının, kompozit parçacıkların toplam ağırlığına göre, ağırlıkça en az % 0,1 olması **ile karakterize edilir.**

5 13. Yukarıdaki istemlerden en az bir tanesine göre olan kompozit parçacıkların, biyomedikal mühendislik ve/veya mikro teknoloji alanındaki uygulamalar için bileşenlerin üretilmesi için ve/veya köpürtülmüş cisimlerin üretilmesi için katkı olarak, bilhassa polimer katkısı olarak, etki arttırıcı madde veya başlangıç malzemesi olarak  
10 kullanılmasıdır.

## TARİFNAME

### MİKRO YAPILI KOMPOZİT PARÇACIKLAR

- 5 Mevcut buluş, mikro yapıli kompozit parçacıklar ve onların kullanılması ile ilgilidir.

Kompozit malzemeler (kompozit materyaller) zaten bilinmektedir ve iki veya daha fazla birleştirilmiş malzemeden oluşan, münferit bileşenlerinden farklı malzeme özelliklerine sahip olan bir malzemeyi tanımlamaktadır. Kompozit malzemelerin özellikleri için, bileşenlerin maddesel özellikleri ve geometrisi önemlidir. Bilhassa çoğunlukla büyüklük etkileri bir rol oynamaktadır. Birleştirme genellikle madde bağıli veya şekil bağıli bağlantı ve her ikisinin bir kombinasyonu yoluyla gerçekleştirilmektedir.

15

Mikro yapıli kompozit parçalar da aslında bilinmektedir.

Örneğin EP 0 523 372 A1 numaralı Avrupa patent başvurusu, JP62083029 A numaralı Japonya patent başvurusuna atıfta bulunarak, (ana partiküller denilen) bir ana malzemenin, yüzeyinin, (bebek partiküller denilen) bir ikinci malzeme ile kaplandığı bir yöntemi ifşa etmektedir. Bu amaç için tercihen, bir yüksek hızlı rotoru, bir statoru ve tercihen içinde bir bıçağı sahip olan, küre şeklinde olan bir kabı kapsayan bir yüzey modifikasyon tertibatı ("*melezleştirici*") kullanılmaktadır.

25 Ana partiküller ile bebek partiküller karıştırılmaktadır, tercihen en ince şekilde dağıtılmaktadır ve melezleştiricinin içine sokulmaktadır. Orada, bebek parçacıklarının ana parçacıkların içine homojen bir şekilde yataklandırılması için, karışım, tercihen en ince şekilde dağıtmaya devam edilmektedir ve tercihen tekrar tekrar mekanik kuvvetlere, bilhassa çarpma kuvvetlerine, sıkıştırma kuvvetlerine, sürtünme kuvvetlerine ve kesme kuvvetlerine ve parçacıkların

karşılıklı etkileşimlerine maruz bırakılmaktadır, Tercih edilen rotor hızları, çevresel hızla göre 50 m/s ila 100 m/s aralığında olmalıdır.

5 Ayrıca EP 0 523 372 A1 numaralı Avrupa patent başvurusu, kompozit parçacıkların ısı plazma püskürtme yoluyla bir fiksajını tarif etmektedir, burada tercihen en az 30 kW olan bir güve sahip olan, tercihen bir azaltılmış basınç plazma püskürtme tertibatı ("*reduced pressure plasma spraying device*") kullanılmaktadır.

10 Bu şekilde, bir tıbbi malzeme elde edilmektedir, söz konusu bu tıbbi malzeme, yüksek dayanıma ve yüksek biyo-stabiliteye sahip bir malzemenin bir substratını ve ayrıca onun üzerinde oluşturulmuş olan bir tabakayı kapsamaktadır, o, yüksek biyo-duyarlılığa sahip bir maddenin plazma püskürtümü yoluyla elde edilebilmektedir. Tercih edilen, yüksek biyo-duyarlılığa sahip maddeler  
15 hidroksilapatit, trikalsiyumfosfat, biyo-camlar ve benzer özelliklere sahip başka maddeleri kapsamaktadır.

DE 42 44 254 A1 numaralı Alman patent başvurusu, 100 µm ila 10 mm olan bir ortalama parçacık çapına sahip olan bir termoplastik malzemenin yüzeyinin  
20 üzerine bir maddenin sabitlenmesi yoluyla kompozit parçacıkların üretilmesi için öngörülen bir yöntem ile ilgilidir, burada madde, termoplastik malzemeye nazaran daha küçük bir parçacık çapına ve daha iyi bir ısı dayanımına sahiptir, burada yöntem aşağıdaki adımları kapsamaktadır:

- 25       ○ ilk olarak, termoplastik malzemeye nazaran daha küçük parçacık çapına ve daha iyi ısı dayanımına sahip olan maddenin, bir karıştırma ünitesine ve bir ısıtma donanımına sahip olan bir tertibatın içinde karıştırılarak, termoplastik malzemenin yumuşama noktasından daha küçük olmayan bir sıcaklığa ısıtılması;
- 30       ○ termoplastik malzemenin, tertibatın içine eklenmesi; ve

- daha iyi ısı dayanımına sahip olan maddenin, termoplastik malzemenin yüzeyinin üzerine sabitlenmesi.

5 Kompozit parçacıkların termoplastik malzemesi (ana parçacıkları) olarak örneğin piyasadan temin edilebilen çeşitli reçinelerin veya plastik malzemelerin, örneğin ABS, AS, MBS, polivinilklorür, poliasetal, poliamid, polietilen, polipropilen, polietilen tereftalat, polistiren, polikarbonat, poliakrilatların peletleri veya boncukları belirtilir. Ana parçacıkların ortalama parçacık çapı tercihen 100 µm ila 10 mm aralığında olmalıdır.

10

Madde (bebek parçacıklar) olarak bilhassa anorganik malzemelerden olan parçacıklar, mesela silikat içerikli parçacıklar (örneğin cam boncuklar ve benzerleri), alüminyum oksit parçacıkları ve zirkonyum oksit parçacıkları ile mükemmel derecede ısı dayanımlı ve sürtünme dayanımlı olan metallere imal edilen parçacıklar belirtilir. Bebek parçacıkların ortalama parçacık çapı, ana parçacıkların söz konusu ortalama parçacık çapına nazaran daha küçük olmalıdır ve ana parçacıkların ortalama parçacık çapından tercihen 1/10 veya daha az, yani normalde 1 µm ila 1 mm aralığında olmalıdır.

20 EP 0 922 488 A2 numaralı Avrupa patent başvurusu, çekirdek olarak işlev gören partikülün yüzeyinin üzerine ince partiküllerin sabitlenmesi yoluyla katı bir partikülün yüzeyinin modifikasyonu yoluyla elde edilen katı kompozit parçacıklar ile ilgilidir, burada ince partiküllerin, çekirdek partikülün üzerine sıyrılmayacak dayanıklılıkta olan bir şekilde, değiştirilemez biçimde sabitlenmesi için, ince partiküllerin bir kristali veya kristalleri, çekirdek ile ince partiküllerin bir kombinasyonunun üzerinde büyütülmektedir.

30 Uygun olan çekirdekler, diğerlerinin yanı sıra, selüloz türevlerini, nişasta türevlerini ve ayrıca sentetik polimerleri, mesela naylon, polietilen ve polistireni kapsamaktadır.

Uygun ince partiküller, diğerlerinin yanı sıra, karbonatları, fosfatları ve hidrojen fosfatları, mesela kalsiyum monohidrojen fosfatı kapsamaktadır.

5 US 6,403,219 B1 numaralı Amerikan patenti, çekirdek partikülün yüzeyinin üzerine partiküllerin sıyrılabilir dayanıklılıkta olan bir şekilde sabitlenmesi yoluyla katı bir çekirdek partikülünün yüzeyinin modifikasyonu yoluyla elde edilen katı kompozit parçacıkları ifşa etmektedir, burada sabitlenmiş olan bir partikül bileşeninin bir kristali, sütun şeklinde veya iğne şeklinde, çekirdek partikülünün üzerinde büyütülmektedir, burada sabitlenen partiküller, çekirdek  
10 partikülün yüzeyinin üzerine yapıştırılmıştır.

Uygun olan çekirdekler, diğerlerinin yanı sıra, selüloz türevlerini, nişasta türevlerini ve ayrıca sentetik polimerleri, mesela naylon, polietilen ve polistireni kapsamaktadır.

15

Uygun ince partiküller, diğerlerinin yanı sıra, karbonatları, fosfatları ve hidrojen fosfatları, mesela kalsiyum monohidrojen fosfatı kapsamaktadır.

20 Bu yayındaki çalışma örneği, ortalama parçacık çapı 50 µm olan naylon 12'den ve ortalama kenar uzunluğu 50 µm olan, levha şeklinde olan kalsiyum monohidrojen fosfat'tan kompozit parçacıkların üretilmesini tarif etmektedir, burada miktar oranı 10:1'dir. Kompozit parçacıklar bir yüzey modifikasyon tertibatı (Nara Machinery Co. NHS-0) kullanılarak elde edilmektedir. Burada, naylon 12 ile kalsiyum monohidrojen fosfat'tan oluşan bir toz, ilk önce, yüzey modifikasyon  
25 tertibatı ile işlem görmektedir ve bunun sonucunda elde edilen ürün, akabinde, bir kalsiyum monohidrojen fosfat süspansiyonunun içinde, yüzeyin üzerinde kristallerin büyütülmesi amacıyla, süspansiyon haline getirilmektedir. Bu nedenle, US 6,403,219 B1 numaralı patentteki prosedür oldukça fazla olan bir zahmetle bağlantılıdır.

30

JP 9239020 A numaralı Japon patent başvurusu, biyo-afiniteye sahip bir malzemeden, örneğin hidroksilapatit veya trikalsiyum fosfat'tan oluşan parçacıkların, yüksek sertliğe sahip bir malzeme, örneğin zirkonyum dioksit veya alüminyum oksitten oluşan bir mantolama ile öngörölmüş olduđu kompozit parçacıkları içeren sert dokuma için bir implant malzemesini tarif etmektedir.

US 2003/0124242 A1 numaralı patent başvurusu, bir mineral kaplaması ve bir polihidroksillenmiş bileşiğı içeren bir çekirdeğı bulunan kapsüller ile ilgilidir.

10 Mineral kaplamanın bileşenleri olarak, toprak alkali karbonatlar veya bazik karbonatlar, bazik geçiş metali karbonatları, toprak alkali- ve geçiş metali sülfatları, toprak alkali boratlar, toprak alkali halojenürler ve çöktürölmüş silika belirtilir. Tercih edilen toprak alkali metalleri, magnezyum ve kalsiyum içermelidir.

15

Polihidroksillenmiş bileşikler olarak polisakaritler, mesela treoz, eritroz, arabinoz, ksiloz, riboz, desoksiriboz, ramnoz, fukoz, glükosamin, galaktosamin, N-asetilglükosamin, N-asetilgalaktosamin, nişasta, amilopektin, amiloz, araban, alginat, karrageenan, selüloz, kitosan, kondroitinsülfat, dekstran, dekstrin, fruktosan, galaktan, mannan, arap zamkı, pektin, ghatti lastiğı, galaktosid, flikan, glikojen, hemiselüloz, hiyaluronikasit, inülin, lamarinarin, levan, mukoitinsülfat, nigeran, pentosan, polidekstroz ve ksilan belirtilir.

20

Bu yayındaki örnekler, ortalama parçacık büyüklüğü 32 µm olan guardan ve ortalama parçacık büyüklüğü 1,5 µm olan hidroksilapatitten ve ortalama parçacık büyüklüğü 10 µm olan nişastadan ve ortalama parçacık büyüklüğü 1 µm olan kalsiyum fosfattan kompozit parçacıkların üretilmesini tarif etmektedir. Kompozit parçacıkların her birisi bir yüzey modifikasyon tertibatı (Nara Machinery Co. NHS-0) kullanılarak elde edilmektedir.

30

US 5,011,862 numaralı patant, örneğin PVC, PAN, polialkilmetakrilat, PS'den oluşan termoplastik içi boş küreleri tarif etmektedir, onlar, yüzeyine sabitlenmiş veya entegre edilmiş donuklaştırıcı maddeler, mesela  $TiO_2$ ,  $ZnO$ ,  $CaCO_3$ , talk, kil malzemelerini ve benzerlerini içermektedir.

5

US 4,915,884 numaralı patent, bir termoplastik reçine, örneğin PE ile bir etki arttırıcı maddenin, örneğin kalsiyum karbonatın homojen bir şekilde karıştırılması, ardından bu karışımın ekstrüde edilmesi ve elde edilen ekstrüzyon demetinin ufalanması yoluyla elde edilen bir granülatı ifşa etmektedir.

10

EP 2163 569 A1 numaralı Avrupa patent başvurusu, asitli grupları ihtiva eden bir termoplastik reçine veya elastomer ile bir dolgu maddesinden, örneğin kalsiyum karbonattan reçine parçacıklarının üretilmesi için öngörülen bir yöntemi tarif etmektedir. Yöntem, termoplastik reçine ile dolgu maddesi parçacıkları tarafından oluşturulan, ince reçine parçacıklarına sahip bir reçine bileşiminin sağlanması için, asitli grupları ihtiva eden bir termoplastik reçinenin veya elastomerin dolgu maddesi parçacıkları ve bir suda çözünür malzeme ile eritilmesi ve karıştırılması yoluyla reçine parçacıklarını üretmektedir. Reçine bileşimi, suda çözünür malzemeyi içeren bir matrisin içine disperslenmektedir. Ardından, matris bileşeni, reçine parçacıklarının sunulması için, reçine bileşiminden yine giderilmektedir. Sonuçta elde edilen reçine parçacıklarının her birisi, asit gruplarını ihtiva eden termoplastik reçineyi veya elastomeri içeren bir çekirdek parçacığını ve çekirdek parçacığının dış tarafına immobilize edilmiş olan dolgu parçacıklarını içermektedir. Burada, bu yayının özel, oldukça zahmetli prosedürü, reçine parçacıklarının gözenekli bir yapıya sahip olmasına yol açmaktadır.

25

Y. Shi, Y. Sun Fabrication and Characterization of a Novel Biporous Spherical Adsorbent for Protein Chromatography Chromatographia 2003, 57, S. 29-35 ile L. Wu, S. Bai und Y. Sun Development of Rigid Bidisperse Porous Microspheres for High-Speed Protein Chromatography Biotechnol. Prog. 2003, 19, S. 1300-1306 yayınları, poliglisidilmetakrilat-bileşenlerinin, süper ince kalsiyum karbonat

30

mevcudiyetinde süspansiyon polimerizasyonu yoluyla polimer boncuklarının üretilmesini tarif etmektedir. Polimerizasyonun ardından, gözenekli yapılara sahip polimer boncuklarının elde edilmesi için, kalsiyum karbonat yıkanarak dışarı alınmaktadır.

5

Ancak, yukarıda belirtilen yayınlardan hiçbirisi, tarif edilen kompozit parçacıkların bileşeni olarak çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıklarının (PCC) veya tekrar emilebilir poliesterlerin kullanılmasını değerlendirmemektedir.

- 10 Ayrıca, bileşikler ile bağlantılı olarak çöktürülmüş kalsiyum karbonatın kullanılması literatürden biliniyor olsa da, kompozit parçacıkların bileşeni olarak bilinmemektedir.

- 15 Böylece, T. D. Lam, T. V. Hoang, D. T. Quang, J. S. Kim Effect of nanosized and surface-modified precipitated calcium carbonate on properties of CaCO<sub>3</sub>/polypropylene nanocomposites Materials Science and Engineering A 501 (2009) 87-93 yayını, yüzeyi modifiye edilmiş kalsiyum karbonat nano partiküllerinin, CaCO<sub>3</sub>/polipropilen-nano kompozitlerinin özellikleri üzerindeki etkisini tarif etmektedir. Ancak, burada kalsiyum karbonat parçacıkları, dolgu maddesi olarak, polimerin içine homojen bir şekilde dağıtılmaktadır.

- 25 L. Jiang, Y. C. Lam, K. C. Tam, D. T. Li, J. Zhang The influence of fatty acid coating on the rheological and mechanical properties of thermoplastic polyurethane (TPU)/nano-sized precipitated calcium carbonate (NPCC) composites Polymer Bulletin 57, 575-586 (2006) yayını, yağ asidi kaplamalarının, termoplastik poliüretan ve çöktürülmüş kalsiyum karbonat nano partiküllerini içeren kompozitlerin reolojik ve mekanik özelliklerinin üzerindeki etkiyi ele almaktadır. Burada da kalsiyum karbonat parçacıkları, dolgu maddesi olarak, polimerin içine homojen bir şekilde dağıtılmaktadır.

30

- J. Cayer-Barrioz, L. Ferry, D. Frihi, K. Cavalier, R. Séguela, G. Vigier  
Microstructure and Mechanical Behavior of Polyamide 66-Precipitated Calcium  
Carbonate Composites: Influence of the Particle Surface Treatment Journal of  
Applied Polymer Science, Vol. 100, 989-999 (2006) çalışması, poliamid 66 ve  
5 çöktürülmüş kalsiyum karbonat nano partiküllerini içeren kompozitlerin mikro  
yapısını ve mekanik davranışını ele almaktadır. Yine kalsiyum karbonat  
parçacıkları, dolgu maddesi olarak, polimerin içine homojen bir şekilde  
dağıtılmaktadır.
- 10 JP 41 39020 A numaralı Japon patent başvurusu, polibazik karboksilik asitlerin  
veya polifonksiyonel izosiyanatların, koloidal veya partikül şeklinde olan  
kalsiyum karbonat içeren bir kalsiyum karbonat bileşiminin içinde  
polimerizasyonunu tarif etmektedir. Burada da kalsiyum karbonat parçacıkları,  
dolgu maddesi olarak, polimerin içine homojen bir şekilde dağıtılmaktadır.
- 15 M. Avella, S. Cosco, M. L. Di Lorenzo, E. Di Pace, M. E. Errico Influence of  
CaCO<sub>3</sub> Nanoparticles Shape on Thermal and Crystallization Behavior of Isotactic  
Polypropylene based Nanocomposites Journal of Thermal Analysis and  
Calorimetry, Vol. 80 (2005) 131-136 yayını, CaCO<sub>3</sub> nano partiküllerinin şeklinin,  
20 izotaktik polipropilen bazlı nano kompozitlerin termal davranışı üzerindeki  
etkisini tarif etmektedir. Burada kalsiyum karbonat parçacıkları, dolgu maddesi  
olarak, polimerin içine homojen bir şekilde dağıtılmaktadır.
- S. Weihe, M. Wehmöller, C. Schiller, C. Rasche, H. Eufinger, M. Epple  
25 Formgebung degradierbarer Werkstoffe mit Hilfe der Verfahrenskette zur  
Fertigung individueller CAD/CAM-Implantate Biomedizinische  
Technik/Biomedical Engineering, Band 46, Heft s1, sayfalar 214-215 yayını,  
poliglikolid-co-iaktid (PGLA), poli-L-laktid (PLLA) ve birden fazla polimerden  
kademelendirilmiş malzemelerin eriyik presi yoluyla ve paslanmaz çelik kalıbı  
30 kullanılarak presleme yaparak gerçekleştirilen bir implant üretimini ifşa  
etmektedir.

Ayrıca, poli-DL-laktid (PDLLA) ve bir teflon kalıp kullanılarak bir gazlama yöntemi tarif edilmektedir. O, oda sıcaklığında yüksek basınç altında CO<sub>2</sub> ile gazlama yapılmasına dayanmaktadır. Burada, CO<sub>2</sub> polimer tarafından emilmektedir ve onun camsı geçiş sıcaklığı düşürülmektedir. Basınç azaltıldığında, amorf PDLLA köpürmektedir ve kalıba doğru bir şekilde akış olmaktadır. Bu yöntem, bununla, termolabil maddelerin, örneğin antibiyotiklerin ve osteoindüktif proteinlerin içeri sokulması olanağının sağlanmasını ve başka amorf polimerler, örneğin PGLA için de uygulanabilir olmayı amaçlamaktadır.

10 Alışılmış polilaktid implant malzemelerinin bir dezavantajı, onların röntgen görüntüsünde görülebilir olmasıdır. Bu nedenle, tedavinin ilerleyişinin röntgen ile kontrol edilmesi mümkün değildir.

Bu bilgiler ışığında, mevcut buluşa, bilhassa aşağıdaki sorunlar için mümkün olduğunca verimli ve uygun fiyatlı bir çözümün belirtilmesi görevi temel teşkil etmiştir:

Bir yandan, polimerlerin, tercihen termoplastik olarak işlenebilen polimerlerin, özellikle tercihen poliamidlerin ve tekrar emilebilir polimerlerin, tercihen tekrar emilebilir poliesterlerin, özellikle poli-D-, poli-L- ve/veya poli-D,L-laktik asidin özelliklerinin, tercihen sahip oldukları mekanik özellikler ve/veya tıp teknolojisi alanındaki uygulamalar için uygunluğu bakımından hedefli bir şekilde iyileştirilmesine yönelik olanaklar aranmıştır.

Ayrıca, kalsiyum tuzlarının, özellikle kalsiyum karbonatın, bir polimerin, tercihen bir termoplastik olarak işlenebilen polimerin, özellikle tercihen bir poliamidin ve/veya bir tekrar emilebilir polimerin, tercihen bir tekrar emilebilir poliesterin, özellikle poli-D-, poli-L- ve/veya poli-D,L-laktik asidin içine nasıl mümkün olduğunca homojen bir şekilde dağıtılabileceğine ilişkin olanaklar gösterilmeliydi.

30 Bu arada, buluşa göre olan çözüm, mümkün olduğunca kolay bir şekil ve surette, mümkün olduğunca uygun maliyetle gerçekleştirilebiliyor olmalıydı.

Ayrıca, sonuçta elde edilen polimerlerin mümkün olduğunca kolay bir şekilde ve surette işlenmeye devam edilebiliyor olması, arzu edilmiştir.

- 5 Özellikle tıp teknolojileri alanındaki uygulamalar için avantajlı olan iyi mekanik özelliklerin ve ayrıca mümkün olduğunca iyi bir pH-değeri stabilizasyonunun sağlanması isteği, özellikle ön planda olmuştur.

- 10 Bunun ötesinde, özellikle tıp teknolojisi alanı için olan, mümkün olduğunca iyi bir tekrar emilebilirliğe sahip olan malzemeler hedeflenmiştir. Bilhassa, tekrar emilebilir poliestерlerin, özellikler poli laktik asidin, 150 µm'den daha küçük olan, amaca uygun şekilde 125 µm'den daha küçük olan, özellikle 50 µm ila 70 µm aralığında olan parçacık büyüklüklerine sadece çok zor, o da zaten başlı başına yapılabiliyor ise, öğütülebiliyor olmalarından dolayı, lazerle sinterleme uygulamaları için sadece sınırlı uygun olmaları sorunu için bir çözüm arzu edilmiştir. Bu bağlamda, öğütülen ürünün toz kaldırmasını mümkün mertebe önleyen ve bilhassa onun, mikro bileşenlerin üretimi için kullanılmasına ve onun temiz odalarda kullanılmasına izin veren çözümler arzu edilmiştir.

- 20 Ayrıca, polimer köpüklerin, özellikle tıp teknolojisi alanındaki uygulamalar için olanların, mesela implantların özellikleri de iyileştirilmeliydi.

- 25 Son olarak, implant malzemelerinin kullanımında, tedavideki ilerlemelerin nasıl mümkün olduğunca kolay bir şekilde ve surette tespit edilebileceğine ve kontrol edilebileceğine ilişkin olanaklar gösterilmeliydi.

- 30 Bunlar ve ayrıca, yukarıdaki bağlantılardan doğrudan türetilen, somut olarak belirtilmeyen diğer görevler, mevcut İstem 1'in bütün özelliklerine sahip olan mikro yapıli kompozit parçacıkların sağlanması ile çözümlenmektedir. İstem 1'e dayandırılan alt istemler, kompozit parçacıkların özellikle amaca uygun olan varyasyonlarını tarif etmektedir. Ayrıca, buluşa göre olan kompozit parçacıkların özellikle amaca uygun olan uygulamaları koruma altına alınmaktadır.

Büyük parçacıkların küçük parçacıklar ile birleştirildiği bir yöntem ile elde edilebilen mikro yapılı kompozit parçacıkların erişilebilir hale getirilmesi sayesinde, burada

- 5
  - büyük parçacıklar 0,1  $\mu$ m ile 10 mm aralığında bir ortalama parçacık çapına sahiptir,
  - küçük parçacıkların ortalama parçacık çapı, büyük parçacıkların ortalama parçacık çapının en fazla 1/10'i kadardır,
  - büyük parçacıklar en az bir polimeri içermektedir,
- 10
  - küçük parçacıklar kalsiyum karbonat içermektedir,
  - küçük parçacıklar, büyük parçacıkların yüzeyinin üzerine düzenlenmiştir ve/veya büyük parçacıkların içine homojen olmayan şekilde dağıtılmıştır,
  - Küçük parçacıklar, ortalama parçacık büyüklüğü 0,01  $\mu$ m ile 1,0 mm aralığında olan çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıklarını
- 15
  - içermektedir, öyle kolayca öngörülemeyen şekilde, yukarıda belirtilen sorunların, oldukça verimli ve uygun maliyetli bir şekil ve surette çözülmesi başarılmaktadır.

- Bir yandan, buluşa göre olan kompozit parçacıkların, katkı olarak, termoplastik polimerlere, her şeyden önce termoplastik polimerlere, tercihen poliamidlere ve
- 20 tekrar emilebilir polimerlere, tercihen tekrar emilebilir poliesterlere, özellikle poli-D-, poli-L- ve/veya poli-D,L laktik aside eklenerek, onların özelliklerinin, her şeyden önce sahip oldukları mekanik özellikler ve ayrıca onların tıp teknolojisi alanındaki uygulamalar için uygunluğu bakımından, hedefli bir şekilde
- 25 iyileştirilmesi, mümkündür.

- Ayrıca, bu şekilde, kalsiyum karbonat, bir polimerin, tercihen bir termoplastik olarak işlenebilen polimerin, özellikle tercihen bir poliamidin ve/veya bir tekrar emilebilir polimerin, tercihen bir tekrar emilebilir poliesterin, özellikle poli-D-,
- 30 poli-L- ve/veya poli-D,L-laktik asidin içine oldukça homojen bir şekilde dağıtılabilmektedir.

Burada, sonuçta elde edilen polimerler, benzer şekil ve surette işlenmeye devam edilebilmektedir.

5 Münferit parçacıklar kendi içlerinde karşılaştırıldığında, buluşa göre göre kompozit parçacıklar çok yeknesaktır ve hem sahip oldukları bileşim bakımından hem de sahip oldukları yapı bakımından çok yüksek bir homojenlikle karakterizedirler.

10 Ayrıca, buluşa göre olan kompozit parçacıklar, hem tekli bileşenler olarak, hem de bir matris polimerin içinde katkı olarak, her seferinde salt termoplastik polimere veya polimer karışımına kıyasla, genellikle iyileştirilmiş mekanik özelliklere ve iyileştirilmiş bir pH-değeri stabilizasyonuna sahiptir. Bu özellikler, onları, tıp teknolojisi alanındaki uygulamalar için özellikle ilgi çekici hale getirmektedir.

15 Bunun ötesinde, buluşa göre olan kompozit parçacıklar, özellikle insan organizmasının içinde çok iyi bir tekrar emilebilirliğe sahiptir.

20 Buluşa göre olan kompozit parçacıklar, nispeten kolay bir şekil ve surette öğütülebilmektedir. Bu esnada toz oluşumu oldukça azdır, zira öğütme esnasında polimer partiküllerinin yapışması, kalsiyum karbonat tarafından azaltılmaktadır ve daha iyi bir öğütme sonucu elde edilmektedir. Ayrıca, öğütülen malzemenin lokal olarak aşırı ısınması önlenmektedir, böylece termal olarak kademelendirilebilen polimerler de çok kolay işlenebilmektedir. Bunun ötesinde, tekli bileşenlerin 25 (kalsiyum tuzu ile polimer) ayrı olarak eklenmesi önlenmektedir, bu da aynı şekilde işlem esnasında toz oluşumunu belirgin ölçüde azaltmaktadır. Bu nedenle, bu prosedür, toplamda, öğütülen parçacıkların parçacık büyüklüğünün, onların akma özelliklerinin, onların toz halinde akma yeteneğinin ve ayrıca onların toz eğiliminin hedefli bir şekilde ayarlanmasına ve böylelikle her şeyden önce bir de 30 öğütülen ürünlerin, ultra ince yüzeylerde ve toza duyarlı uygulamalarda, özellikle mikro bileşenlerin üretimi ve temiz odalarda kullanım için de kullanılmasına

olanak sağlamaktadır. Bunun ötesinde, öğütülmeyen kompozit parçacıklarında da bir toz eğilimi gözlemlenmemektedir. Bu nedenle, buluşa göre olan çözüm, her şeyden önce, hızlı prototip üretme için (ilave imalat yöntemi), özellikle lazerle sinterleme uygulamaları için polilaktik asit parçacıklarının üretilmesi için  
5 uygundur, burada polilaktik asit parçacıkları, bu bağlamda, tercihen 150  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük, tercihen 125  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük, özellikle 50  $\mu\text{m}$  ila 70  $\mu\text{m}$  aralığında olan bir ortalama parçacık büyüklüğüne sahiptir.

Ayrıca, polimer köpüklerin, özellikle tıp teknolojisi alanındaki uygulamalar için  
10 olanların, mesela implantların özellikleri de belirgin ölçüde iyileştirilmektedir.

Bunun ötesinde, buluşa göre olan kompozit parçacıklarının, implant malzemelerin içinde kullanılması, tedavideki ilerlemenin nispeten kolay bir şekilde kontrol edilmesine ve doğrulanmasına da olanak sağlamaktadır, zira buluşa göre olan  
15 kompozit parçacıklar, röntgende görülmektedir ve böylece vücudun içindeki implant, röntgen ile doğrudan gözlemlenebilmektedir.

Buna uygun şekilde, mevcut buluşun konusu, büyük parçacıkların küçük parçacıklar ile birleştirildiği bir yöntem ile elde edilebilen mikro yapılı kompozit  
20 parçacıklardır (kompozit partiküllerdir).

Mevcut buluşta, bir malzemenin mikroskopik özelliklerine mikro yapı denilmektedir. Diğerlerinin yanı sıra, çözünebilir ince yapı ile katkı, buna dahildir. Sıvılarda ve gazlarda, bunlar mevcut değildir. Burada, münferit atomlar veya  
25 moleküller düzensiz bir haldedir. Amorf katı gövdeler çoğunlukla komşu atomlar bölgesinde bir yapısal yakın düzene sahiptir, ancak bir uzan düzene sahip değildir. Buna karşın, kristalin katı gövdeler, sadece yakın bölgede değil, bilakis uzak bölgede de düzenli bir ızgara yapısına sahiptir.

30 Mevcut buluş çerçevesinde, büyük parçacıklar en az bir polimeri içermektedir.

İstem 1'e göre olan kompozit parçacıklarında bu polimer esasen başka sınırlandırmalara tabi değildir. Ancak, tercihen bir termoplastik polimer, amaca uygun şekilde bir biyopolimer, bir kauçuk, bilhassa doğal kauçuk veya sentetik kauçuk ve/veya bir poliüretan söz konusudur.

5

"Termoplastik polimer" kavramı, bu bağlamda, belirli bir sıcaklık aralığında, tercihen 25°C ila 350°C aralığında, (termoplastik olarak) deforme edilebilen bir plastik malzemeyi tanımlamaktadır. Bu işlem tersinirdir, yani o, malzemenin aşırı ısıtma kaynaklı termal ayrışması başlamadığı sürece, soğutma ve eriyik sıvı hale 10 kadar tekrar ısıtma yoluyla, istenen sıklıkta tekrarlanabilmektedir. Termoplastik polimerler, bu hususta, duroplastiklerden ve elastomerlerden farklıdır.

"Biyopolimer" kavramı, biyojenik hammaddelerden (yenilenebilir hammaddelerden) oluşan ve/veya biyolojik olarak parçalanabilen bir malzemeyi 15 tanımlamaktadır (biyojenik ve/veya biyolojik olarak parçalanabilir polimer). Yani, biyolojik olarak parçalanabiliyor olan veya biyolojik olarak parçalanabiliyor olmayan biyo-bazlı biyopolimerler ile biyolojik olarak parçalanabiliyor olan petrol bazlı polimerler, bu kavram kapsamına girmektedir. Böylelikle, biyolojik olarak parçalanabiliyor olmayan konvansiyonel, petrol bazlı malzemelerden, 20 plastik malzemelerden, örneğin polietilen (PE), polipropilen (PP) ve polivinilklorür (PVC)'den bir sınırlandırarak ayırma yapılmaktadır.

"Kauçuk" kavramı, oda sıcaklığında (25°C) lastik-elastiki özelliklere sahip olan, yüksek molekül ağırlıklı, çapraz bağlanmamış olan bir polimerik malzemeyi 25 tanımlamaktadır. Yüksek sıcaklıklarda veya deformasyon kuvvetlerinin etkisi altında, bir kauçuk, gittikçe artan bir viskoz akma arz etmektedir ve bu şekilde, uygun koşullar altında onun yeniden şekillendirilmesine olanak sağlamaktadır.

Lastik-elastiki davranış, sıcaklığa bağlılığın daha ziyade az olduğu, nispeten 30 düşük bir kesme modülü ile karakterizedir. Ona, entropi değişiklikleri ile yol açılmaktadır. Uzatma yoluyla, lastik-elastiki malzeme, bir entropi azalmasına yol

açan bir düzenli konfigürasyon almaya zorlanmaktadır. Kuvvet giderildikten sonra, polimerler, bu nedenle yine başlangıçtaki pozisyona geri dönmektedir ve entropi yine artmaktadır.

- 5 "*Poliüretan*" (PU, DIN-kısa işareti: PUR) kavramı, diollerin veya poliollerin poliizosiyanatlar ile poli adisyon reaksiyonu yoluyla oluşan bir plastik malzemeyi veya bir yapay reçineyi tanımlamaktadır. Üretan grubu, bir poliüretan için karakteristiktir.
- 10 Mevcut buluş çerçevesinde, termoplastik polimerler özellikle tercih edilerek kullanılmaktadır. Burada, özellikle uygun olan polimerlere aşağıdaki polimerler dahildir: Akrlnitril-etilen-propilen-(dien)-stiren-kopolimer, akrlnitril-metakrilat-kopolimer, akrlnitril-metilmetakrilat-kopolimer, akrlnitril-klorlandırılmış polietilen-stiren-kopolimer, akrlnitril-bütadien-stiren-kopolimer, akrlnitril-etilen-propilen-stiren-kopolimer, aromatik poliester, akrlnitril-stiren-akrilester-kopolimer, bütadien-stiren-kopolimer, selülozasetat, selülozasetobütirat, selülozasetopropiyonat, hidrojenize selüloz, karboksimetilselüloz, selüloznitrat, selülozpropiyonat, selüloztriasetat, polivinilklorür, etilen-akrilik asit-kopolimer, etilen-bütillakrilat-kopolimer, etilen-klortrifloretilen-kopolimer, etilen-etilakrilat-kopolimer, etilen-metakriat-kopolimer, etilen-metakrilik asit-kopolimer, etilen-tetrafloretilen-kopolimer, etilen-vinilalkol-kopolimer, etilen-büten-kopolimer, etilselüloz, polistiren, polifloretilenpropilen, metilmetakrilat-akrlnitril-bütadien-stiren-kopolimer, metilmetakrilat-bütadien-stiren-kopolimer, metilselüloz, poliamid 11, poliamid 12, poliamid 46, poliamid 6, poliamid 6-3-T, poliamid 6-tereftalikasit-kopolimer, poliamid 66, poliamid 69, poliamid 610, poliamid 612, poliamid 6I, poliamid mxd 6, poliamid PDA-T, poliamid, poliarileter, poliarileterketon, poliamidimid, poliarilamid, poliaminobismaleinimid, poliarilate, polibüten-1, polibütillakrilat, polibenzimidazol, polibismaleinimid, polioksadiazobenzimidazol, polibütilentereftalat, polikarbonat, poliklortrifloretilen, polietilen, poliesterkarbonat, poliarileterketon, polietereterketon, polieterimid, polieterketon, polietilenoksit, poliariletersülfon,
- 30

- polietilentereftalat, poliimid, poliizobütilen, poliizos,yanüрат, poliimidsulfon, polimetakrilimid, polimetakrilat, poli-4-metilpenten-1, poliasetal, polipropilen, polifenilenoksit, polipropilenoksit, polifenilensülfid, polifenilensülfon, polistiren, polisülfon, politetrafluroetilen, poliüretan, polivinilasetat, polivinilalkol,
- 5 polivinilbütiral, polivinilklorür, polivinilidenklorür, polivinilidenflorür, polivinilflorür, polivinilmetileter, polivinilpirrolidon, stiren-bütadien-kopolimer, stiren-izopren-kopolimer, stiren-maleikasitanhidrit-kopolimer, stiren-maleikasitanhydrit-bütadien-kopolimer, stiren-metilmetakrilat-kopolimer, stiren-metilstiren-kopolimer, stiren-akrilnitril-kopolimer, vinilklorür-etilen-kopolimer,
- 10 vinilklorür-metakrilat-kopolimer. Vinilklorür-maleikasitanhidrit-kopolimer, vinilklorür-maleinimid-kopolimer, vinilklorür-metilmetakrilat-kopolimer, vinilklorür-oktilakrilat-kopolimer, vinilklorür-vinilasetat-kopolimer, vinilklorür-vinilidenklorür-kopolimer ve vinilklorür-vinilidenklorür-akrilnitril-kopolimer.
- 15 Ayrıca, aşağıdaki kauçukların kullanılması da özellikle avantajlıdır: doğal yolla oluşan poliizopren, özellikle cis-1,4-poliizopren (doğal kauçuk; NR) ve trans-1,4-poliizopren (guttapercha), her şeyden önce doğal kauçuk; nitrilkauçuk (bütadien ile akrilnitril'in kopolimeri; poli(akrilnitril-co-1,3-bütadien; NBR; buna n-kauçuk denilen kauçuk); bütadienkauçuk (polibütadien; br); akrilkauçuk (poliakrilkauçuk; ACM, ABR); florkauçuk (FPM); stiren-bütadien-kauçuk (stiren ile bütadien'in kopolimeri; SBR); stiren-izopren-bütadien-kauçuk (stiren, izopren ile bütadien'in kopolimeri; SIBR); polibütadien; sentetik izoprenkauçuk (poliizopren; ır); etilen-propilen-kauçuk (etilen ile propilen'in kopolimeri; EPM); etilen-propilen-dien-kauçuk (etilen, propilen ve bir dien-bileşenin terpolimeri; EPDM); bütilkauçuk
- 25 (izobütilen ile izopren'in kopolimeri; IIR); etilen-vinilasetat-kauçuk (etilen ile vinilasetatın kopolimeri; EVM); etilen-metilakrilat-kauçuk (etilen ile metilakrilat'ın kopolimeri; AEM); epoksikauçuk, mesela poliklormetiloksiran (epiklorhidrinpolimer; CO), etilenoksit (oksiran) - klormetiloksiran (epiklorhidrinpolimer; ECO), epiklorhidrin - etilenoksit -
- 30 allilglisidileterterpolimer (GECO), epiklorhidrin - allilglisidileterkopolimer (GCO) ve propilenoksit - allilglisidileterkopolimer (GPO); polinorbornen-kauçuk

(bisiklo[2.2.1]hept-2-en (2-norbornen'in polimeri); PNR); polialkenilen (sikloolefinlerin polimeri); silikonkauçuk (Q), mesela sadece polimer zincirinde metil ornatıkları bulunan silikonkauçuk (MQ; z. b. dimetilpolisiloksan), polimer zincirinde metilvinil ve vinil ornatık grupları bulunan silikonkauçuk (VMQ),  
 5 polimer zincirinde feni ve metil ornatıkları bulunan silikonkauçuk (PMQ), polimer zincirinde flor ve metil grupları bulunan silikonkauçuk (FMQ), sipolimer zincirinde flor, metil ve vinil ornatıkları bulunan silikonkauçuk (FVMQ); poliüretankauçuk; tiyolkauçuk; halojenbütilkauçuk, mesela brombütilkauçuk (BIIR) ve klorbütilkauçuk (CIIR); klorpolietilen (CM); klorsülfonilpolietilen  
 10 (CSM); hidrojenize nitrilkauçuk (HNBR); ve polifosfazlar.

Özellikle tercih edilen terpolimerlere akrilnitril, bütadien ve karboksilik asidin, mesela metakrilik asidin istatistiksel terpolimerleri dahildir. Bu bağlamda, Nitrilkauçuk tercihen, polimerin toplam ağırlığına göre, aşağıdaki ana bileşenleri  
 15 içermektedir: Ağırlıkça % 15,0 ila ağırlıkça % 42,0 akrilnitril polimeri; ağırlıkça % 1,0 ila ağırlıkça % 10,0 karboksilik asit ve kalanı ağırlıklı olarak bütadiendir (örneğin ağırlıkça % 38,0 ila ağırlıkça % 75,0). Tipik olarak bileşimi şöyledir: Ağırlıkça % 20,0 ila ağırlıkça % 40,0 akrilnitril polimeri, ağırlıkça % 3,0 ila ağırlıkça % 8,0 karboksilik asit ile ağırlıkça % 40,0 ila ağırlıkça % 65,0 veya  
 20 ağırlıkça % 67,0 bütadien. Özellikle tercih edilen nitrilkauçukların kapsamına akrilnitril, bütadien ile bir karboksilik asidin bir terpolimeri dahildir, onda, akrilnitril muhtevası ağırlıkça % 35,0'dan daha küçüktür ve karboksilik asit muhtevası ağırlıkça % 10,0'dan daha küçüktür, burada bütadien muhtevası, geriye kalana denktir. Daha da fazla tercih edilen nitrilkauçuklar aşağıdaki miktarları  
 25 içerebilmektedir: Ağırlıkça % 20,0 ila ağırlıkça % 30,0 akrilnitril polimeri; ağırlıkça % 4,0 ila ağırlıkça % 6,0 karboksilik asit ve kalanı ağırlıklı olarak bütadien'dir.

Nitrojen içerikli polimerlerin, bilhassa poliamidlerin kullanılması, mevcut buluş  
 30 çerçevesinde özellikle uygundur. Poliamid 11, poliamid 12, poliamid 46, poliamid 6, poliamid 6-3-T, poliamid 6-tereftalikasit-kopolimer, poliamid 66, poliamid 69,

poliamid 610, poliamid 612, poliamid 6I, poliamid MXD 6 ve/veya poliamid PDA-T, özellikle 12 özellikle tercih edilmektedir.

5 Ayrıca, tekrar emilebilir polimerlerin, özellikle tekrar emilebilir poliesterlerin kullanılması da özellikle amaca uygundur. "Tekrar emme" kavramından (Latince resorbere = "emmek"), biyolojik sistemlerin içine, özellikle insan organizmasının içine madde alınması anlaşılır. Burada, özellikle tekrar emilebilir implantların üretilmesi için kullanılabilen malzemeler özellikle ilgi çekicidir.

10 Buluşa göre özellikle tercih edilen, tekrar emilebilir polimerler laktik asidin, hidroksibütirik asidin ve/veya glikolik asidin, tercihen laktik asidin ve/veya glikolik asidin, bilhassa laktik asidin tekrarlama birimlerini içermektedir. Polilaktik asitler burada özellikle tercih edilmektedir. Bunun ötesinde, poli(diokanon) kullanımı da özellikle avantajlıdır.

15 "Polilaktik asit" ten burada yapısı laktik asit birimlerinden oluşturulan polimerler anlaşılır. Böyle polilaktik asitler normalde laktik asitlerin kondansasyonu yoluyla üretilmektedir, ancak uygun koşullar altında laktidlerin halka açıcı polimerizasyonu yoluyla da elde edilmektedir.

20 Buluşa göre özellikle uygun olan, tekrar emilebilir polimerlerin kapsamına Poli(glikolid-ko-L-laktit), Poli(L-laktit), Poli(L-laktit-ko-ε-kaprolakton), Poli(L-laktit-ko-glikolid), Poli(L-laktit -ko-D,L-laktit), Poli(D,L-laktit-ko-glikolid) ve ayrıca Poli(dioksanon) dahildir. Böyle polimerler, örneğin (Almanya'da yerleşik)  
25 Boehringer Ingelheim Pharma KG firmasından Resomer® GL 903, Resomer® L 206 S, Resomer® L 207 S, Resomer® L 209 S, Resomer® L 210, Resomer® L 210 S, Resomer® LC 703 S, Resomer® LG 824 S, Resomer® LG 855 S, Resomer® LG 857 S, Resomer® LR 704 S, Resomer® LR 706 S, Resomer® LR 708, Resomer® LR 927 S, Resomer® RG 509 S ve Resomer® X 206 S  
30 markalarıyla ticari olarak elde edilebilmektedir.

- Mevcut buluşun amaçları için özellikle avantajlı, tekrar emilebilir polimerler, bunlarda tercihen tekrar emilebilir poliesterler, tercihen laktik asit polimerleri, özellikle poli-D-, poli-L- veya poli-D,L-laktik asitler söz konusu, tercihen dar dağılmış polistiren standartlarına doğru jel permeasyon kromatografisi veya uç
- 5 grubu titrasyonu yoluyla tayin edilen, 500 g/mol'dan daha büyük, tercihen 1.000 g/mol'den daha büyük, özellikle tercihen 5.000 g/mol'den daha büyük, amaca uygun şekilde 10.000 g/mol'den daha büyük, özellikle 25.000 g/mol'den daha büyük olan bir sayısal ortalamalı molekül ağırlığına ( $M_n$ ) sahiptir. Diğer yandan, tercih edilen tekrar emilebilir polimerleri sayısal ortalaması 1.000.000 g/mol'den
- 10 daha küçüktür, amaca uygun şekilde 500.000 g/mol'den daha küçüktür, uygun şekilde 100.000 g/mol'den daha küçüktür, özellikle en fazla 50.000 g/mol'dür. 500 g/mol ile 50.000 g/mol aralığında olan bir sayısal ortalamalı molekül ağırlığı, kendisini, mevcut buluş çerçevesinde özellikle çok ispat etmiştir.
- 15 Tercih edilen tekrar emilebilir polimerlerin, bunlarda tercihen tekrar emilebilir poliesterler, uygun şekilde laktik asit polimerleri, özellikle poli-D-, poli-L- veya poli-D,L-laktik asitler söz konusudur, tercihen dar dağılmış polistiren-standardına doğru jel permeasyon kromatografisi ile tayin edilen ağırlık ortalamalı molekül ağırlığı ( $M_w$ ) tercihen 750 g/mol ile 5.000.000 g/mol aralığında, tercihen 750
- 20 g/mol ile 1.000.000 g/mol aralığında, özellikle tercihen 750 g/mol ile 500.000 g/mol aralığında, özellikle 750 g/mol ile 250.000 g/mol aralığındadır, ve bu polimerlerin poldispersitesi uygun şekilde 1,5 ile 5 aralığındadır.
- Özellikle uygun olan, tekrar emilebilir polimerlerin, bunlarda tercihen tekrar
- 25 emilebilen poliesterler, tercihen laktik asit polimerler, özellikle poli-D-, poli-L- veya poli-D,L-laktik asitler söz konusudur, içsel viskozitesi, 25°C, % 0,1 polimer konsantrasyonunda kloroform içinde ölçüldüğünde, 0,5 dl/g ile 8,0 dl/g aralığında, tercihen 0,8 dl/g ile 7,0 dl/g aralığında, özellikle 1,5 dl/g ile 3,2 dl/g aralığındadır.
- 30 Ayrıca, özellikle uygun olan, tekrar emilebilir polimerlerin, bunlarda tercihen tekrar emilebilen poliesterler, uygun şekilde laktik asit polimerler, özellikle poli-

D-, poli-L- veya poli-D,L-laktik asitler söz konusudur, içsel viskozitesi, 30°C, % 0,1 polimer konsantrasyonunda heksaflor-2-propanol içinde ölçüldüğünde, 1,0 dl/g ile 2,6 dl/g aralığında, özellikle 1,3 dl/g ile 2,3 dl/g aralığında, özellikle 1,3 dl/g ile 2,3 dl/g aralığındadır.

5

Bunun ötesinde, mevcut buluş çerçevesinde, 20°C'den daha büyük, uygun şekilde 25°C'den daha büyük, tercihen 30°C'den daha büyük, özellikle tercihen 35°C'den daha büyük, özellikle 40°C'den daha büyük bir camsı geçiş sıcaklığına sahip olan polimerler, özellikle termoplastik polimerler oldukça avantajlıdır. Mevcut buluşun 10 özellikle çok tercih edilen bir uygulama şekli çerçevesinde polimerin camsı geçiş sıcaklığı 35°C ile 55°C, özellikle 40°C ile 50°C'dir.

Ayrıca, 50°C'den daha büyük, uygun şekilde en az 60°C, tercihen 150°C'den daha büyük, özellikle tercihen 160°C ile 210°C aralığında, özellikle 175°C ile 15 195°C aralığında bir erime sıcaklığına sahip olan polimerler özellikle uygundur.

Burada, polimerin camsı geçiş sıcaklığı ile erime sıcaklığı tercihen diferansiyel tarama kalorimetresi (Differential Scanning Calorimetry; kurz DSC) vasıtasıyla saptanmaktadır. Bu bağlamda, aşağıdaki prosedür kendisini özellikle çok ispat 20 etmiştir:

DSC-ölçümünün, bir Mettler-Toledo DSC 30S'in üzerinde nitrojen altında uygulanması. Kalibrasyon tercihen idiyum ile yapılmaktadır. Ölçümler tercihen kuru, oksijensiz nitrojen (akış hızı: tercihen 40 ml/dakika) altında uygulanmaktadır. Numune ağırlığı tercihen 15 mg ile 20 mg arasında 25 seçilmektedir. Numuneler ilk olarak 0°C'ye, tercihen incelenecek olan polimerin erime sıcaklığının yukarısında bir sıcaklığa ısıtılmaktadır, sonra 0°C'ye soğutulmaktadır ve ikinci defa 0°C'den yukarıda belirtilen sıcaklığa, 10°C/dakikalık bir ısıtma hızıyla, ısıtılmaktadır.

Termoplastik polimerler olarak poliamidler ve ayrıca tekrar emilebilir polimerler, her şeyden önce tekrar emilebilir poliesterler, özellikle laktik asit polimerleri özellikle çok tercih edilmektedir.

- 5 Mevcut buluş çerçevesinde, kompozit parçacıkların küçük parçacıkları en az bir kalsiyum karbonatı içermektedir.

Kalsiyum karbonat parçacıklarının, bilhassa çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıklarının şekli burada başkaca sınırlandırmalara tabi değildir ve somut  
10 uygulama amacına adapte edilebilmektedir. Ancak, skalenodrik, romboedrik, iğne şeklinde olan, küçük plaka şeklinde veya küre şeklinde (sferik) olan parçacıklar tercih edilerek kullanılmaktadır. Mevcut buluşun özellikle çok tercih edilen bir uygulama şekli çerçevesinde, küre şeklinde olan kalsiyum karbonat-, özellikle küre şeklinde olan, çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıkları  
15 kullanılmaktadır, zira bunlar normalde bir izotropik özellik profiline sahipti. Buna uygun olarak, sonuçta elde edilen kompozit parçacıkları, amaca uygun şekilde, yine mümkün olduğunca izotropik olan bir özellik profili ile karakterizedir.

Kalsiyum karbonat parçacıklarının, bilhassa çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıklarının görünüş oranı (en-boy oranı) tercihen 5'ten daha küçüktür,  
20 tercihen 4'ten daha küçüktür, özellikle tercihen 3'ten daha küçüktür, uygun şekilde 2'den daha küçüktür, daha da tercihen 1,5'ten daha küçüktür, özellikle çok tercihen 1,0 ila 1,25 aralığındadır, tercihen 1,1'den daha küçüktür, özellikle 1,05'ten daha küçüktür.

25

Kalsiyum tuzu parçacıklarının görünüş oranı (en-boy oranı) bu bağlamda, maksimum ile minimum parçacık çapının bölümünü tanımlamaktadır. O, tercihen elektron mikroskopik görüntüler vasıtasıyla ortalama değer (sayısal ortalama) olarak saptanmaktadır. Bu bağlamda, küre şeklinde olan kalsiyum tuzu  
30 parçacıkları için, tercihen sadece parçacık büyüklüğü 0,1 µm ila 30,0 µm aralığında olan parçacıklar dikkate alınmaktadır. Romboedrik kalsiyum tuzu

parçacıkları için, tercihen sadece parçacık büyüklüğü 0,1 µm ila 20,0 µm aralığında olan parçacıklar dikkate alınmaktadır. Başka kalsiyum tuzu parçacıkları için, tercihen sadece parçacık büyüklüğü 0,1 µm ila 2,0 µm aralığında olan parçacıklar dikkate alınmaktadır..

5

Yine tercihen, bütün parçacıkların en az % 90'ı, uygun şekilde en az % 95'i, tercihen 5'ten daha küçük, tercihen 4'ten daha küçük, özellikle tercihen 3'ten daha küçük, uygun şekilde 2'den daha küçük, daha da tercihen 1,5'ten daha küçük, özellikle çok tercihen 1,0 ila 1,25 aralığında, tercihen 1,1'den daha küçük, 10 özellikle 1,05'ten daha küçük olan bir görünüş oranına (en-boy oranı) sahiptir.

Ayrıca, ağırlıklı olarak tek parça halinde mevcut bulunan küre şeklindeki kalsiyum tuzu parçacıkları özellikle çok uygundur. Burada, mükemmel küre şeklinden ufak sapmalar, parçacıkların özellikleri esaslı bir şekilde değişmediği 15 sürece, kabul edilmektedir. Böylece, parçacıkların yüzeyi zaman zaman hatalı yerlere veya ilave birikintilere sahip olabilmektedir.

Mevcut buluşun özellikle tercih edilen bir varyasyonu çerçevesinde, kalsiyum karbonat parçacıkları, özellikle çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıkları 20 tercihen küre şeklindedir ve büyük ölçüde amorfür. "Amorf" kavramı, bu noktada, onlarda atomların en azından kısmen düzenli yapılarak sahip olmadığı, bilakis düzensiz bir deseni oluşturduğu ve bu nedenle sadece bir yakın düzene sahip olduğu, ancak bir uzak düzene sahip olmadığı kalsiyum tuzu modifikasyonlarını tanımlamaktadır. Kalsiyum tuzunun, onlarda atomların hem bir yakın hem de bir 25 uzak düzene sahip olduğu modifikasyonları, örneğin kalsit, vaterit ve aragonit bunlardan ayrı tutulmalıdır.

Ancak, mevcut buluşun tercih edilen bu varyasyonu çerçevesinde, kristalin bileşenlerin mevcudiyeti kategorik olarak hariç kılınmamaktadır. Ancak, kristalin 30 kalsiyum karbonatların oranı tercihen ağırlıkça % 50'den daha küçüktür, özellikle tercihen ağırlıkça % 30'dan daha küçüktür, özellikle çok tercihen ağırlıkça %

15'ten daha küçüktür, özellikle ağırlıkça % 10'dan daha küçüktür. Mevcut buluşun özellikle tercih edilen bir varyasyonu çerçevesinde, kristalin kalsiyum karbonatın oranı, her seferinde kalsiyum tuzunun toplam ağırlığına göre, ağırlıkça % 8,0'den daha küçük, tercihen ağırlıkça % 6,0'dan daha küçük, amaca uygun şekilde ağırlıkça % 4,0'dan daha küçük, özellikle tercihen ağırlıkça % 2,0'dan daha küçük, özellikle çok tercihen ağırlıkça % 1,0'dan daha küçük, özellikle ağırlıkça % 0,5'ten daha küçüktür.

Amorf ve kristalin oranların saptanması için, bir iç standart ile, tercihen kuvars ile, bir Rietveld-inceltimi ile bir röntgen kırınımı kendisini özellikle ispat etmiştir.

Mevcut buluşun bu tercih edilen uygulama şekli çerçevesinde, kalsiyum karbonat parçacıkları, tercihen amorf kalsiyum karbonat parçacıkları, uygun şekilde en az bir madde ile, özellikle en az bir sınır yüzey aktif madde ile stabilize edilmektedir, söz konusu bu madde, kalsiyum tuzu parçacıklarının yüzeyinin üzerine, özellikle tercihen küre şeklinde olan kalsiyum karbonat parçacıklarının yüzeyinin üzerine düzenlenmiş olmaktadır. "Sınır yüzey aktif maddeler", mevcut buluş anlamında, amaca uygun şekilde, çözülmeleri neticesinde sınır yüzeylerinde (su/kalsiyum parçacıkları, tercihen kalsiyum karbonat parçacıkları) kuvvetli derecede biriken ve bundan dolayı yüzey gerilmesini, tercihen 25°C'de ölçüldüğünde, azaltan organik bileşikler tanımlamaktadır. Daha fazla ayrıntı için ihtisas literatürüne, bilhassa Römpf-Lexikon Chemie / Hrsg. Jürgen Falbe; Manfred Regitz. Bearb. Von Eckard Amelingmeier; Stuttgart, New York; Thieme; Cilt 2: Cm-G; 10. Baskı (1997); anahtar kelime: "sınır yüzey aktif maddeler"e atıfta bulunulur.

25

Tercihen, madde, özellikle sınır yüzey aktif madde 100 g/mol'den daha büyük, tercihen 125 g/mol'den daha büyük, özellikle 150 g/mol'den daha büyük olan bir molar kütleyle sahiptir ve R-X<sub>n</sub> formülünü sağlamaktadır.

Radikal R, burada, en az 1, tercihen en az 2, tercihen en az 4, özellikle tercihen en az 6, özellikle en az 8 karbon atomunu içeren bir radikali, tercihen opsiyonel

olarak daha başka radikalleri X de içerebilen ve opsiyonel olarak bir veya daha fazla eter bağlantısına sahip olabilen tercihen bir alifatik veya sikloalifatik radikali temsil etmektedir.

- 5 Radikal X, en az bir oksijen atomunu ve ayrıca en az bir karbon atomunu, kükürt atomunu, fosfor atomunu ve/veya nitrojen atomunu, tercihen en az bir fosfor atomunu ve/veya en az bir karbon atomunu içeren bir grubu temsil etmektedir. Aşağıdaki gruplar özellikle tercih edilmektedir:

- 10 Karboksilik asit grupları  $\sim\text{COOH}$ ,  
Karboksilat grupları  $\sim\text{COO}^-$ ,  
Sülfonik asit grupları  $\sim\text{SO}_3\text{H}$ ,  
Sülfonat grupları  $\sim\text{SO}_3^-$ ,  
Hidrojen sülfat grupları  $\sim\text{OSO}_3\text{H}$ ,  
Sülfat grupları  $\sim\text{OSO}_3^-$ ,  
15 Fosfonik asit grupları  $\sim\text{PO}_3\text{H}_2$ ,  
Fosfonat grupları  $\sim\text{PO}_3\text{H}^-$ ,  $\sim\text{PO}_3^{2-}$ ,  
Amino grupları  $\sim\text{NR}^1\text{R}^2$  ve ayrıca  
Amonyum grupları  $\sim\text{N}^+\text{R}^1\text{R}^2\text{R}^3$ ,  
20 bilhassa karboksilik asit grupları, karboksilat grupları, fosfonik asit grupları ve fosfonat grupları.

- Radikaller  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  ve  $\text{R}^3$  bu bağlamda birbirlerinden bağımsız olarak hidrojeni veya 1 ila 5 karbon atomlu bir alkil grubunu temsil etmektedir. Radikaller  $\text{R}^1$ ,  
25  $\text{R}^2$  ve  $\text{R}^3$ ‘ten bir tanesi bir radikal  $\text{R}'$ de olabilir.

Metal katyonları, özellikle alkalimetal katyonları, tercihen  $\text{Na}^+$  ve  $\text{K}^+$ , ve ayrıca amonyum iyonları, yukarıda belirtilen anyonlar için tercih edilen ters iyonlardır.

Hidroksilyonlar, hidrojenkarbonatanyonlar, karbonatanyonlar, hidrojen Sülfatanyonlar, Sülfatanyonlar ve halojenür iyonları, özellikle klorür ve bromür iyonları, yukarıda belirtilen katyonlar için tercih edilen ters iyonlardır.

- 5 n tercihen 1 ila 20 aralığında olan, tercihen 1 ila 10 aralığında olan, özellikle 1 ila 5 aralığında olan bir tam sayıyı temsil etmektedir.

- 10 Mevcut buluşun amaçları için özellikle uygun olan maddeler alkil karboksilik asitleri, alkil karboksilatları, alkil Sülfonik asitleri, alkil Sülfonatları, alkil Sülfatları, tercihen 1 ila 4 etilen glikoleter birimi bulunan alkileter Sülfatları, tercihen 2 ila 20 etilen glikoleter birimleri bulunan yağalkoletoksilatı, alkil fenoletoksilatları, opsiyonel olarak Sübstitüe edilmiş alkil fosfonik asitleri, opsiyonel olarak Sübstitüe edilmiş alkil fosfonatları, sorbitan yağ asidi esterlerini, alkil poliglükositleri, n-metilglükamitleri, akrilik asidin homo- ve kopolimerlerini
- 15 ve ayrıca onların uygun tuz şekillerini ve blok kopolimerlerini içermektedir.

- Opsiyonel olarak Sübstitüe edilmiş alkilfosfonik asitler, özellikle amino-tri-(metilenfosfonikasit), 1-hidroksietilen-(1,1-difosfonikasit), etilendiamin-tetra-(metilenfosfonikasit), heksametilendiamin-tetra-(metilenfosfonikasit),
- 20 dietilentriamin-penta-(metilenfosfonikasit), ve ayrıca opsiyonel olarak Sübstitüe edilmiş alkilfosfonatları, özellikle yukarıda belirtilen asitlerin olanlar, özellikle avantajlı olan maddelerin bir birinci grubudur. Bu bileşikler, metal iyonları ve taş inhibitörleri için multi-fonksiyonel ayırma maddesi olarak bilinmektedir.

- 25 Ayrıca akrilik asidin ve onların tuz şekillerinin homo- ve kopolimerleri de, bilhassa 1.000 g/mol - 10.000 g/mol aralığında bir ağırlık ortalamalı molekül ağırlığına sahip olanlar, kendilerini özellikle ispat etmiştir.

- Ayrıca, blok kopolimerlerin, tercihen çift hidrofil blok kopolimerlerin, özellikle
- 30 poletilenoksit veya polipropilenoksitin kullanılması özellikle uygundur.

Tercihen sınır yüzey aktif olan maddelerin oranı, prensip olarak serbestçe seçilebilmektedir ve ilgili uygulama için hedefli bir şekilde ayarlanabilmektedir. Ancak, o, parçacıkların kalsiyum tuzu muhtevasına, özellikle  $\text{CaCO}_3$ -muhtevasına göre, tercihen ağırlıkça % 0,1 ila ağırlıkça % 5,0 aralığında, özellikle ağırlıkça % 5 0,3 ila ağırlıkça % 1,0 aralığındadır.

Tercihen küre şeklinde olan, tercihen amorf olan kalsiyum karbonat parçacıklarının üretimi, aslında bilinen şekilde, örneğin dialkil karbonatın veya alkilen karbonatın, kalsiyum katyonlarını içeren bir çözeltinin içinde hidrolizi 10 yoluyla gerçekleştirilebilmektedir.

Stabilize edilmemiş, küre şeklinde olan kalsiyum karbonat parçacıklarının üretimi, örneğin WO 2008/122358 numaralı patent başvurusunda ayrıntılı bir şekilde tarif edilmektedir.

15

Dialkil karbonatın veya alkilen karbonatın hidrolizi, amaca uygun şekilde, bir hidroksit mevcudiyetinde, gerçekleştirilmektedir.

Mevcut buluşun amaçları için tercih edilen,  $\text{Ca}^{2+}$ -iyonlarını içeren maddeler, 20 kalsiyum halojenürler, tercihen  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{CaBr}_2$ , özellikle  $\text{CaCl}_2$  ve ayrıca kalsiyum hidroksit'tir. Mevcut buluşun özellikle tercih edilen bir birinci uygulama şekli çerçevesinde,  $\text{CaCl}_2$  kullanılmaktadır. Mevcut buluşun özellikle tercih edilen diğer bir uygulama şeklinde,  $\text{Ca(OH)}_2$  kullanılmaktadır.

25 Özellikle tercih edilen bir birinci uygulama şekli çerçevesinde bir dialkil karbonat kullanılmaktadır. Özellikle uygun olan dialkil karbonatlar 3 ila 20, tercihen 3 ila 9, karbon atomu, özellikle dimetil karbonat, dietil karbonat, di-n-propilkarbonat, di-izopropilkarbonat, di-n-bütilkarbonat, di-sek-bütilkarbonat ve di-tert.-bütilkarbonat içermektedir, burada dimetil karbonat bu bağlamda özellikle çok 30 tercih edilmektedir.

Özellikle tercih edilen diğer bir uygulama şeklinde, bir alkilenkarbonat reaksiyona sokulmaktadır. Özellikle amaca uygun olan alkilenkarbonatlar 3 ila 20, tercihen 3 ila 9, özellikle tercihen 3 ila 6 karbon atomu içermektedir ve bilhassa 3 ila 8, tercihen 4 ila 6, özellikle 5 atomdan oluşan, tercihen 2 oksijen atomu ve bunun dışında karbon atomları bulunan bir halkayı içeren bileşikler kapsamaktadır. Propilenkarbonat (4-metil-1,3-dioksolan) bu bağlamda kendisini özellikle çok ispat etmiştir. Alkalimetaldihidroksitler, özellikle NaOH, ve kalsiyumdihidroksit kendilerini dihidroksit olarak özellikle uygun olarak ispat etmiştir. Mevcut buluşun özellikle tercih edilen bir birinci uygulama şekli çerçevesinde, NaOH kullanılmaktadır. Mevcut buluşun özellikle tercih edilen diğer bir uygulama şekli çerçevesinde,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  kullanılmaktadır.

Ayrıca reaksiyon karışımı içerisinde  $\text{Ca}^{2+}$ 'nın, tercihen kalsiyum klorürün  $\text{OH}^-$ 'ye, tercihen alkalimetal dihidroksite molar oranı tercihen büyüktür 0,5 : 1'den ve özellikle tercihen >0,5 : 1 ila 1 : 1 aralığındadır, özellikle 0,6 : 1 ila 0,9 : 1 aralığındadır.

Reaksiyon karışımı içerisinde  $\text{Ca}^{2+}$ 'nın, tercihen kalsiyum klorürün, dialkil karbonata ve/veya alkilen karbonata molar oranı, uygun şekilde 0,9 : 1,5 ila 1,1 : 1 aralığındadır, özellikle tercihen 0,95 : 1 ila 1 : 0,95 aralığındadır. Mevcut buluşun özellikle amaca çok uygun olan bir varyasyonu çerçevesinde, dialkil karbonat ve/veya alkilen karbonat ile  $\text{Ca}^{2+}$ , özellikle kalsiyum klorür, eşmolar kullanılmaktadır.

Özellikle çok tercih edilen bir birinci varyasyon çerçevesinde  $\text{Ca}(\text{OH})_2$   $\text{OH}^-$ - kaynağı olarak kullanılmamaktadır. Reaksiyon için kullanılan bileşenler burada uygun şekilde aşağıda verilen konsantrasyonlar halinde kullanılmaktadır:

- a)  $\text{Ca}^{2+}$ : >10 mmol/l ila 50 mmol/l, tercihen 15 mmol/l ila 45 mmol/l, özellikle 17 mmol/l ila 35 mmol/l;
- b) Dialkil karbonat ve/veya

alkilen karbonat: >10 mmol/l ila 50 mmol/l, tercihen 15 mmol/l ila 45 mmol/l, özellikle 17 mmol/l ila 35 mmol/l;

c) OH<sup>-</sup>: 20 mmol/l ila 100 mmol/l, tercihen 20 mmol/l ila 50 mmol/l, özellikle tercihen 25 mmol/l ila 45 mmol/l, özellikle 28 mmol/l ila 35 mmol/l.

İlgili konsantrasyonlar, burada, belirtilen bileşenlerin reaksiyon karışımının içindeki konsantrasyonlarına ilişkindir.

10 Özellikle tercih edilen diğer bir varyasyon çerçevesinde Ca(OH)<sub>2</sub>, tercihen kireç sütü, özellikle doymuş kireç sütü OH<sup>-</sup>-kaynağı olarak kullanılmaktadır. Reaksiyon için kullanılan bileşenler burada uygun şekilde aşağıda verilen konsantrasyonlar halinde kullanılmaktadır:

15 a) Ca(OH)<sub>2</sub>: >5 mmol/l ila 25 mmol/l, tercihen 7,5 mmol/l ila 22,5 mmol/l, özellikle 8,5 mmol/l ila 15,5 mmol/l;  
b) Dialkil karbonat ve/veya

alkilen karbonat: >5 mmol/l ila 25 mmol/l, tercihen 7,5 mmol/l ila 22,5 mmol/l, özellikle 8,5 mmol/l ila 15,5 mmol/l.

İlgili konsantrasyonlar, burada, belirtilen bileşenlerin reaksiyon karışımının içindeki konsantrasyonlarına ilişkindir. Bileşenlerin reaksiyonu tercihen 15°C ila 30°C aralığında olan bir sıcaklıkta gerçekleştirilmektedir.

25

Kalsiyum karbonat-parçacıklarının somut büyüklüğü aslında bilinen şekilde doygunluk üzerinden kontrol edilebilmektedir.

Kalsiyum karbonat-parçacıkları, yukarıda belirtilen koşullar altında, reaksiyon karışımından çöktürülmektedir.

30

Tercihen amorf olan kalsiyum karbonat-parçacıklarının stabilizasyonu amaca uygun şekilde tercihen sınır yüzey aktif olan maddenin reaksiyon karışımına eklenmesi yoluyla gerçekleştirilmektedir.

- 5 Maddenin eklenmesi, burada ancak kalsiyum karbonat parçacıklarının oluşması için yapılan reaksiyon başladıktan sonra, yani ancak eduktlar eklendikten sonra, tercihen eduktların karıştırılmasından tercihen en erken 1 dakika, tercihen en erken 2 dakika, amaca uygun şekilde en erken 3 dakika, özellikle tercihen en erken 4 dakika, özellikle en erken 5 dakika sonra yapılmalıdır. Ayrıca, ekleme
- 10 zamanı, tercihen sınır yüzey aktif madde, çöktürülme sona ermeden kısa bir süre önce ve mümkün mertebe tercihen amorf olan kalsiyum karbonatın bir kristalin modifikasyona dönüşümü başlamadan kısa bir süre önce eklenecek şekilde seçilmelidir, zira bu şekilde "*stabilize edilmiş, küre şeklinde olan, amorf kalsiyum tuzu parçacıklarının*" eldesi ve saflık derecesi maksimum hale getirilebilmektedir.
- 15 Tercihen sınır yüzey aktif olan maddenin eklemesi daha erken yapılırsa, genelde, istenen, stabilize edilmiş, küre şeklinde olan, amorf kalsiyum tuzu parçacıklarının yanı sıra ultra ince, amorf kalsiyum tuzu parçacıklarını yan ürün olarak içeren, iki durumlu olan bir ürün elde edilmektedir. Tercihen sınır yüzey aktif olan maddenin eklemesi daha geç yapılırsa, istenen "*stabilize edilmiş kalsiyum tuzu*
- 20 *parçacıklarının*" kristalin modifikasyonlara dönüşümü daha o zaman başlar.

- Bu nedenle, tercihen sınır yüzey aktif olan madde tercihen küçüktür eşittir 11,5, tercihen küçüktür eşittir 11,3, özellikle küçüktür eşittir 11,0 olan bir pH değerinde eklenmektedir. Her seferinde reaksiyon sıcaklığında, tercihen 25°C'de
- 25 ölçüldüğünde, 11,5 ila 10,0 aralığında, tercihen 11,3 ila 10,5 aralığında, özellikle 11,0 ila 10,8 aralığında olan bir pH-değerinde bir ekleme yapılması, özellikle uygundur.

- Sonuçta elde edilen, stabilize edilmiş, tercihen küre şeklinde olan, amorf kalsiyum
- 30 karbonat parçacıkları aslında bilinen şekilde, örneğin santrifüj yoluyla,

susuzlaştırılıp kurutulabilmektedir. Aseton ile bir yıkama ve/veya vakumlu kurutma dolabının içinde bir kurutma yapılması artık illa da gerekli değildir.

- 5 Kurutma yoluyla, "stabilize edilmiş kalsiyum karbonat parçacıklarından" "az yapısal su muhtevası içeren kalsiyum karbonat parçacıkları" elde edilebilmektedir.

- Mevcut buluşun amaçları için, elde edilen kalsiyum karbonat parçacıkları tercihen, istenen artık su muhtevasına sahip olacakları şekilde kurutulmaktadır. Bunun için, kalsiyum karbonat parçacıklarının ilk önce 150°C olan bir sıcaklıkta
- 10 önceden kurutulduğu ve ardından kalsiyum tuzu parçacıklarının büyüktür 150°C ila 250°C aralığında, tercihen 170°C ila 230°C aralığında, özellikle tercihen 180°C ila 220°C aralığında, özellikle 190°C ila 210°C aralığında olan bir sıcaklıkta kurutulduğu bir prosedür, kendisini ispat etmiştir. Kurutma, tercihen dolaşımli havalı kuruma dolabında gerçekleştirilmektedir. Bu esnada, kalsiyum
- 15 karbonat parçacıkları amaca uygun şekilde en az 3 saat, özellikle tercihen en az 6 saat, özellikle en az 20 saat kurutulmaktadır. Mevcut buluşun özellikle tercih edilen diğer bir varyasyonu çerçevesinde, çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıkları büyük ölçüde kristalindir, özellikle büyük ölçüde kalsitiktir. Ancak, mevcut buluşun tercih edilen bu varyasyonu çerçevesinde, başka, özellikle amorf
- 20 bileşenlerin mevcudiyeti kategorik olarak hariç kılınmamaktadır. Başka kristalin-olmayan kalsiyum tuzu modifikasyonlarının, özellikle başka kristalin-olmayan kalsiyum karbonat modifikasyonlarının oranı tercihen ağırlıkça % 50'den daha küçüktür, özellikle tercihen ağırlıkça % 30'dan daha küçüktür, özellikle çok tercihen ağırlıkça % 15'ten daha küçüktür, özellikle ağırlıkça % 10'dan daha
- 25 küçüktür. Ayrıca, kalsitik-olmayan kalsiyum karbonat modifikasyonlarının oranı tercihen ağırlıkça % 50'den daha küçüktür, özellikle tercihen ağırlıkça % 30'dan daha küçüktür, özellikle çok tercihen ağırlıkça % 15'ten daha küçüktür, özellikle ağırlıkça % 10'dan daha küçüktür.

Çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıklarının ortalama çapı 0,01  $\mu\text{m}$  ila 1,0 mm aralığında ve tercihen 0,05  $\mu\text{m}$  ila 30,0  $\mu\text{m}$  aralığında, özellikle 0,1  $\mu\text{m}$  ila 15,0  $\mu\text{m}$  aralığındadır.

- 5 Amorf kalsiyum karbonat parçacıkları için, kalsiyum tuzu parçacıklarının ortalama çapı uygun şekilde 0,05  $\mu\text{m}$  ila 2,0  $\mu\text{m}$  aralığında, tercihen 1,75  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük, özellikle tercihen 1,5  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük, özellikle 1,2  $\mu\text{m}$ 'den daha küçüktür. Ayrıca, ortalama parçacık büyüklüğü, bu durumda, uygun şekilde, 0,1  $\mu\text{m}$ 'den daha büyüktür, tercihen 0,2  $\mu\text{m}$ 'den daha büyüktür, özellikle 0,3  $\mu\text{m}$ 'den  
10 daha büyüktür.

- Skalenoedrik kalsiyum karbonat parçacıkları için, kalsiyum tuzu parçacıklarının ortalama çapı uygun şekilde 0,05  $\mu\text{m}$  ila 2,0  $\mu\text{m}$  aralığında, tercihen 1,75  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük, özellikle tercihen 1,5  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük, özellikle 1,2  $\mu\text{m}$ 'den daha  
15 küçüktür. Ayrıca, ortalama parçacık büyüklüğü, bu durumda, uygun şekilde, 0,1  $\mu\text{m}$ 'den daha büyüktür, tercihen 0,2  $\mu\text{m}$ 'den daha büyüktür, özellikle 0,3  $\mu\text{m}$ 'den daha büyüktür.

- Ayrıca, uygun şekilde 1,0  $\mu\text{m}$  ila 5,0  $\mu\text{m}$  aralığında, tercihen 4,5  $\mu\text{m}$ 'den daha  
20 küçük, özellikle tercihen 4,0  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük, özellikle 3,5  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük olan bir ortalama çapa sahip olan skalenoedrik kalsiyum karbonat parçacıkları da kendilerini özellikle ispat etmiştir. Ayrıca, ortalama parçacık büyüklüğü, bu durumda, uygun şekilde, 1,5  $\mu\text{m}$ 'den daha büyüktür, tercihen 2,0  $\mu\text{m}$ 'den daha büyüktür, özellikle 3,0  $\mu\text{m}$ 'den daha büyüktür.

25

- Romboedrik kalsiyum karbonat parçacıkları için, kalsiyum tuzu parçacıklarının ortalama çapı uygun şekilde 0,05  $\mu\text{m}$  ila 2,0  $\mu\text{m}$  aralığında, tercihen 1,75  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük, özellikle tercihen 1,5  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük, özellikle 1,2  $\mu\text{m}$ 'den daha küçüktür. Ayrıca, ortalama parçacık büyüklüğü, bu durumda, uygun şekilde, 0,1  
30  $\mu\text{m}$ 'den daha büyüktür, tercihen 0,2  $\mu\text{m}$ 'den daha büyüktür, özellikle 0,3  $\mu\text{m}$ 'den daha büyüktür.

Ayrıca, uygun şekilde 1,0 µm ila 20,0 µm aralığında, tercihen 18,0 µm'den daha küçük, özellikle tercihen 16,0 µm'den daha küçük, özellikle 14,0 µm'den daha küçük olan bir ortalama çapa sahip olan romboedrik kalsiyum karbonat parçacıkları da kendilerini özellikle ispat etmiştir.

5

Ayrıca, ortalama parçacık büyüklüğü, bu durumda, uygun şekilde, 2,5 µm'den daha büyüktür, tercihen 4,0 µm'den daha büyüktür, özellikle 6,0 µm'den daha büyüktür.

- 10 İğne şeklinde olan kalsiyum karbonat parçacıkları için, kalsiyum tuzu parçacıklarının ortalama çapı uygun şekilde 0,05 µm ila 2,0 µm aralığında, tercihen 1,5 µm'den daha küçük, özellikle tercihen 1,0 µm'den daha küçük, özellikle 0,75 µm'den daha küçüktür. Ayrıca, ortalama parçacık büyüklüğü, bu durumda, uygun şekilde, 0,1 µm'den daha büyüktür, tercihen 0,2 µm'den daha
- 15 büyüktür, özellikle 0,3 µm'den daha büyüktür.

- Küçük plaka şeklinde olan kalsiyum karbonat parçacıkları için, kalsiyum tuzu parçacıklarının ortalama çapı uygun şekilde 0,05 µm ila 2,0 µm aralığında, tercihen 1,75 µm'den daha küçük, özellikle tercihen 1,5 µm'den daha küçük,
- 20 özellikle 1,2 µm'den daha küçüktür. Ayrıca, ortalama parçacık büyüklüğü, bu durumda, uygun şekilde, 0,1 µm'den daha büyüktür, tercihen 0,2 µm'den daha büyüktür, özellikle 0,3 µm'den daha büyüktür.

- Sferülitik (küre şeklinde olan) kalsiyum karbonat parçacıkları için, ayrıca, uygun şekilde 1,0 µm ila 30,0 µm aralığında, tercihen 20,0 µm'den daha küçük, tercihen 18,0 µm'den daha küçük, özellikle tercihen 16,0 µm'den daha küçük, özellikle 14,0 µm'den daha küçük olan bir ortalama çap, kendisini özellikle ispat etmiştir. Ayrıca, ortalama parçacık büyüklüğü, bu durumda, uygun şekilde, 2,5 µm'den daha büyüktür, tercihen 4,0 µm'den daha büyüktür, özellikle 6,0 µm'den daha
- 25
- 30 büyüktür.

Kalsiyum karbonat parçacıklarının yukarıda belirtilen ortalama parçacık büyüklükleri, mevcut buluşa çerçevesinde, amaca uygun şekilde, taramalı elektron mikroskop görüntülerinin (SEM-görüntülerinin) analiz edilmesi yoluyla saptanmaktadır, burada tercihen sadece en az 0,01  $\mu\text{m}$  olan bir büyüklüğe sahip ve  
5 tercihen en az 20, özellikle en az 40 parçacık olan bir sayı ortalamasının oluşturulduğu parçacıklar dikkate alınmaktadır. Ayrıca, her şeyden önce iğne şeklinde olan kalsiyum tuzu parçacıkları için sedimantasyon analiz yöntemleri de kendilerini ispat etmiştir, burada bu bağlamda, bir sedigraf 5100'in (Micromeritics GmbH) kullanılması özellikle avantajlıdır. Küre şeklinde olmayan  
10 kalsiyum tuzu parçacıklarında tercihen küre ile eşdeğer olan bir parçacık büyüklüğü kullanılmaktadır.

Kalsiyum karbonat parçacıklarının büyüklük dağılımı nispeten dardır ve tercihen bütün kalsiyum karbonat parçacıklarının ağırlıkça en az % 90,0'ı, % -50 ortalama  
15 parçacık çapı aralığında, tercihen % -40 ortalama parçacık çapı aralığında, özellikle % -30 ortalama parçacık çapı aralığı ile % +70 ortalama parçacık çapı aralığında, tercihen % +60 ortalama parçacık çapı aralığında, özellikle +50 ortalama parçacık çapı aralığında olan bir parçacık çapına sahip olacağı şekildedir. Burada, büyüklük dağılımı, taramalı tünelleme mikroskopisi vasıtasıyla  
20 saptanmaktadır.

Kalsiyum karbonat parçacıklarının, burada minimum parçacık çapı ile maksimum parçacık çapının bölümü olarak tanımlanan şekil faktörü, bütün parçacıkların amaca uygun şekilde en az % 90'ı için, uygun şekilde en az % 95'i için, 0,90'dan  
25 daha büyüktür, özellikle tercihen 0,95'ten daha büyüktür. Bu bağlamda, küre şeklinde olan kalsiyum karbonat parçacıkları için, tercihen sadece parçacık büyüklüğü 0,1  $\mu\text{m}$  ile 30,0  $\mu\text{m}$  aralığında olan parçacıklar dikkate alınmaktadır. Romboedrik kalsiyum karbonat parçacıkları için, tercihen sadece parçacık büyüklüğü 0,1  $\mu\text{m}$  ile 20,0  $\mu\text{m}$  aralığında olan parçacıklar dikkate alınmaktadır.  
30 Başka kalsiyum karbonat parçacıkları için, tercihen sadece parçacık büyüklüğü 0,1  $\mu\text{m}$  ile 2,0  $\mu\text{m}$  aralığında olan parçacıklar dikkate alınmaktadır.

Kalsiyum karbonat parçacıkları, uygun şekilde, ayrıca, nispeten düşük olan bir su muhtevası ile karakterizedir. Onlar, sahip oldukları toplam ağırlığa göre, ağırlıkça en fazla % 5,0, tercihen ağırlıkça en fazla % 2,5, tercihen ağırlıkça en fazla % 1,0, özellikle tercihen ağırlıkça en fazla % 0,5, daha da tercihen ağırlıkça % 0,4'ten  
5 daha küçük, amaca uygun şekilde ağırlıkça % 0,3'ten daha küçük, uygun şekilde ağırlıkça % 0,2'den daha küçük, özellikle ağırlıkça % 0,1'den daha küçük olan bir su muhtevasına (200°C'de artık nem) sahiptir.

Mevcut buluş çerçevesinde, kalsiyum karbonat parçacıklarının su muhtevası,  
10 tercihen termogravimetri vasıtasıyla tayin edilmektedir, burada ölçüm tercihen nitrojen (nitrojen akış hızı tercihen 20 ml/dakika) altında ve amaca uygun şekilde 40°C veya ondan düşük ila 250°C veya ondan yüksek olan bir sıcaklık aralığında gerçekleştirilmektedir. Ayrıca, ölçüm, tercihen 10°C/dakika olan bir ısıtma hızında gerçekleştirilmektedir.

15 Mevcut buluş çerçevesinde amorf kalsiyum karbonat parçacıkları kullanıldığında, bunlar, uygun şekilde, az olan bir yapısal su muhtevasına sahiptir. Bu, mol kalsiyum karbonat başına tercihen küçüktür 5 mol, tercihen küçüktür 3 mol, özellikle tercihen küçüktür 1 mol, özellikle küçüktür 0,5 mol yapısal su kadardır.  
20 Mevcut buluşun özellikle çok tercih edilen bir uygulama şeklinde, amorf kalsiyum karbonat parçacıkları bir yapısal su içermemektedir.

Kalsiyum karbonat parçacıklarının özgül yüzey alanı tercihen 0,1 m<sup>2</sup>/g ila 100 m<sup>2</sup>/g aralığında, özellikle tercihen 0,1 m<sup>2</sup>/g ila 20,0 m<sup>2</sup>/g aralığında, özellikle 4,0  
25 m<sup>2</sup>/g ila 12,0 m<sup>2</sup>/g aralığındadır. Romboedrik kalsiyum tuzu parçacıkları, bilhassa romboedrik kalsiyum karbonat parçacıkları için, özgül yüzey alanı, mevcut buluşun özellikle tercih edilen bir varyasyonu çerçevesinde, 1,0 m<sup>2</sup>/g'den daha küçüktür, tercihen 0,75 m<sup>2</sup>/g'den daha küçüktür, özellikle 0,5 m<sup>2</sup>/g'den daha küçüktür, burada romboedrik kalsiyum tuzu parçacıklarının, bilhassa romboedrik  
30 kalsiyum karbonat parçacıklarının ortalama çapı uygun şekilde 2,5 µm'den daha büyük, tercihen 4,0 µm'den daha büyük, özellikle 6,0 µm'den daha büyüktür.

Tercihen 2,5  $\mu\text{m}$ 'den daha büyük, tercihen 4,0  $\mu\text{m}$ 'den daha büyük, özellikle 6,0  $\mu\text{m}$ 'den daha büyük olan bir ortalama çapa sahip olan küre şeklindeki kalsiyum karbonat parçacıkları için, özgül yüzey alanı, mevcut buluşun özellikle tercih edilen bir varyasyonunun çerçevesinde, 3,0  $\text{m}^2/\text{g}$ 'dan daha küçüktür, tercihen 2,0  $\text{m}^2/\text{g}$ 'dan daha küçüktür, özellikle 1,5  $\text{m}^2/\text{g}$ 'dan daha küçüktür. Ayrıca, özgül yüzey alanı, bu durumda, uygun şekilde 0,25  $\text{m}^2/\text{g}$ 'dan daha büyüktür, tercihen 0,5  $\text{m}^2/\text{g}$ 'dan daha büyüktür, özellikle 0,75  $\text{m}^2/\text{g}$ 'dan daha büyüktür.

Bu bağlamda, bir kurutma esnasında özgül yüzey alanı nispeten sabit kalan ve her seferinde başlangıç değerine göre tercihen maksimum % 200, tercihen maksimum % 150, özellikle maksimum % 100 değişen kalsiyum karbonat parçacıkları özellikle çok tercih edilmektedir.

Kalsiyum karbonat parçacıklarının baz oranı tercihen azdır. Onların pH-Wert, EN ISO 787-9'a göre ölçüldüğünde, tercihen 11,5'ten daha küçüktür, tercihen 11,0'dan daha küçüktür, özellikle 10,5'ten daha küçüktür.

İstem 1'e göre olan kompozit parçacıklarda, küçük parçacıklar, buluşa göre, ortalama parçacık büyüklüğü 0,01  $\mu\text{m}$  ila 1,0 mm aralığında olan çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıklarını içermektedir.

Buluş çerçevesinde, mikro yapıli kompozit parçacıklar, büyük parçacıkların küçük parçacıklar ile birleştirildiği bir yöntem ile elde edilebilmektedir, burada

- büyük parçacıklar, 0,1  $\mu\text{m}$  ila 10 mm aralığında olan, tercihen 0,5  $\mu\text{m}$  ila 2,0 mm aralığında olan, özellikle 1,0  $\mu\text{m}$  ila 500,0  $\mu\text{m}$  aralığında olan bir ortalama parçacık çapına sahiptir,
- küçük parçacıkların ortalama parçacık çapı, büyük parçacıkların ortalama parçacık çapının en fazla 1/10'i kadardır ve tercihen 0,01  $\mu\text{m}$  ila 1,0 mm aralığındadır, tercihen 0,02  $\mu\text{m}$  ila 200  $\mu\text{m}$  aralığındadır, amaca uygun

şekilde 0,05 µm ila 30,0 µm aralığındadır, özellikle 0,1 µm ila 15,0 µm aralığındadır.

5 Burada, küçük parçacıklar, büyük parçacıkların yüzeyinin üzerine düzenlenmiştir ve/veya büyük parçacıkların içine homojen olmayan şekilde dağıtılmıştır.

10 Küçük parçacıkların, büyük parçacıkların içinde "homojen olmayan" bir dağılımı, küçük parçacıkların büyük parçacıkların içine homojen olmayan şekilde (eşit olmayan şekilde) dağıtılmış olduğu anlamına gelmektedir. Tercihen, kompozit parçacıklarının içinde, en az iki, tercihen en az üç, tercihen en az dört, özellikle en az beş küçük parçacık içeren en az bir bölge ve kompozit parçacıkların içinde, gerçi birinci bölge ile aynı hacme ve şekle sahip olan, ancak sahip olduğu küçük parçacık sayısı farklı olan en az bir başka bölge vardır.

15 Ayrıca, parçacık iç kısmında polimerin çöktürülmüş kalsiyum karbonata ağırlık oranı, parçacıkların dış bölgesinde polimerin çöktürülmüş kalsiyum karbonata ağırlık oranından daha büyüktür. Amaca uygun şekilde, parçacık iç kısmında, polimerin çöktürülmüş kalsiyum karbonata ağırlık oranı, 50:50'den daha büyüktür, tercihen 60:40'dan daha büyüktür, uygun şekilde 70:30'dan daha büyüktür, özellikle tercihen 80:20'den daha büyüktür, daha da tercihen 90:10'dan daha büyüktür, özellikle çok tercihen 95:5'ten daha büyüktür, özellikle 99:1'den daha büyüktür. Ayrıca, parçacıkların dış bölgesinde, tercihen parçacıkların tercih edilen dış bölgesinde, çöktürülmüş kalsiyum karbonatın polimere ağırlık oranı, 50:50'den daha büyüktür, tercihen 60:40'dan daha büyüktür, uygun şekilde 25 70:30'dan daha büyüktür, özellikle tercihen 80:20'den daha büyüktür, daha da tercihen 90:10'dan daha büyüktür, özellikle çok tercihen 95:5'ten daha büyüktür, özellikle 99:1'den daha büyüktür.

30 Parçacık iç kısmı, bu bağlamda, parçacık orta noktasından maksimum  $r/2$  olan bir mesafeye sahip olan bir bölgeyi tanımlamaktadır, burada parçacık orta noktası tercihen parçacıkların ağırlık merkezine denktir ve burada  $r$  aynı miktar

oranlarında ve aynı yoğunluklar ile aynı bileşenlerden oluşan kompakt, küre şeklinde olan parçacığın yarıçapına denktir.

5 Parçacıkların dış bölgesi, parçacık orta noktasından  $r/2$ 'den daha büyük bir mesafeye sahip olan bölgeyi tanımlamaktadır. Parçacıkların tercih edilen dış bölgesi, parçacık orta noktasından  $0,793 r$ 'den daha büyük bir mesafeye sahip olan bölgeyi tanımlamaktadır. Burada parçacık orta noktası ile  $r$  her seferinde yukarıda tanımlandığı gibidir.

10 Mevcut buluşun bu amaçları için özellikle tercih edilen kompozit parçacıklar, küre şeklindedir. Kompozit parçacıkların ortalama çapı tercihen  $0,1 \mu\text{m}$  ile  $12 \text{ mm}$  aralığındadır, özellikle  $0,5 \mu\text{m}$  ile  $2,4 \text{ mm}$  aralığındadır.

15 Mevcut buluşun özellikle tercih edilen bir uygulama şekli çerçevesinde, buluşa göre olan kompozit parçacıklar bir çekirdeği ve bir kılıfı kapsamaktadır, burada çekirdek tercihen en az bir polimeri, özellikle en az bir termoplastik polimeri içermektedir ve  $0,1 \mu\text{m}$  ile  $10 \text{ mm}$ , özellikle  $0,5 \mu\text{m}$  ile  $2 \text{ mm}$  aralığında olan bir ortalama çapa sahiptir. Kılıf en az bir çöktürülmüş kalsiyum karbonatı içermektedir ve çekirdek çapına göre tercihen en fazla % 20 olan bir ortalama 20 kalınlığa sahiptir. Kompozit parçacıkların, büyük parçacıkların, küçük parçacıkların ortalama çapları ve ayrıca yukarıda belirtilen uzunluk parametreleri, buluşa göre amaca uygun şekilde mikroskopik görüntüler yardımıyla, opsiyonel olarak elektron mikroskopik görüntüler yardımıyla saptanmaktadır. Büyük parçacıkların ve küçük parçacıklarının ortalama çapının saptanması için, 25 sedimentasyon analizleri de özellikle avantajlıdır, burada bir sedigraf 5100 (Micromeritics GmbH) kullanımı özellikle uygundur. Kompozit parçacıklar için lazer kırınımı ile partikül büyüklüğü analizleri de kendilerini özellikle ispat etmiştir, burada bu bağlamda Sympatec GmbH firmasının lazer kırınım sensörü HELOS/BR'nin kullanılması özellikle avantajlıdır. O, tercihen bir RODOS kuru 30 dağıtıcıyı kapsamaktadır. Küre şeklinde olmayan parçacıklarda tercihen küre ile eşdeğer olan bir parçacık büyüklüğü kullanılmaktadır.

Bunun dışında, bu bilgiler ve ayrıca mevcut tarifnamede yer alan tüm diğer bilgiler, aksi belirtilmediği takdirde, 25°C olan bir sıcaklığa ilişkindir.

- 5 Buluşa göre olan kompozit parçacıklar nispeten kompakttır. Tercihen, parçacıkların iç kısmında, 0,5 g/cm<sup>3</sup>'ten daha küçük, özellikle 0,25 g/cm<sup>3</sup>'ten daha küçük bir yoğunluğa sahip olan kısmi bölgelerin oranı, her seferinde kompozit parçacıkların toplam hacmine göre, tercihen % 10,0'dan daha küçüktür, tercihen % 5,0'dan daha küçüktür, özellikle % 1,0'dan daha küçüktür.
- 10 Çöktürülmüş kalsiyum karbonatın ağırlıkça oranı, kompozit parçacıkların toplam ağırlığına göre, tercihen ağırlıkça en az % 0,1, tercihen ağırlıkça en az % 1,0, özellikle tercihen ağırlıkça en az % 5,0'dir ve amaca uygun şekilde ağırlıkça % 5,0 ila ağırlıkça % 50,0 aralığındadır, uygun şekilde ağırlıkça % 10,0 ila 30,0 aralığındadır, özellikle ağırlıkça % 15,0 ila 25,0 aralığındadır.
- 15 Polimerin, tercihen termoplastik polimerin, ağırlıkça oranı, kompozit parçacıkların toplam ağırlığına göre, tercihen ağırlıkça en az % 0,1, tercihen ağırlıkça en az % 1,0, özellikle tercihen ağırlıkça en az % 5,0'dir ve amaca uygun şekilde ağırlıkça % 5,0 ila ağırlıkça % 95,0 aralığındadır, uygun şekilde ağırlıkça
- 20 % 70,0 ila 90,0 aralığındadır, özellikle ağırlıkça % 75,0 ila 85,0 aralığındadır.
- 25 Buluşa göre olan kompozit parçacıklar, diğer özelliklerinin yanı sıra, küçük parçacıkların büyük parçacıklar ile çok iyi birleşmesiyle karakterizedir.. Küçük parçacıkların büyük parçacıklar ile birbiriyle sıkıca birleştirilmesi, tercihen kompozit parçacıklara mekanik yük bindirilmesi, özellikle kompozit parçacıkların su ile 25°C'de, tercihen Organikum, 17. Baskı, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin, 1988, Madde 2.5.2.1 "Ausschütteln von Lösungen bzw. Suspensionen" (= çözeltilerin veya süspansiyonların çalkalanması), sayfa 56-57 'de tarif edilen prosedüre göre çalkalanması yoluyla doğrulanabilmektedir.
- 30 Çalkalama testi tercihen en az bir dakikadır, tercihen en az 5 dakikadır, özellikle 10 dakikadır ve tercihen, kompozit parçacıkların şeklinin, büyüklüğünün ve/veya

5 bileşiminin önemli ölçüde değişmemesine yol açmaktadır. Özellikle tercihen, çalkalama testinden sonra, kompozit parçacıklarının ağırlıkça en az % 60'ı, tercihen ağırlıkça en az % 70'i, tercihen ağırlıkça en az % 80'i, özellikle tercihen ağırlıkça en az % 90'ı, uygun şekilde ağırlıkça en az % 95'i, özellikle ağırlıkça en az % 99'u, sahip oldukları bileşim, büyüklük ve tercihen şekil bakımından değişmemiş olmaktadır.

10 Buluşa göre olan kompozit parçacıkların üretimi, aslında bilinen şekilde, örneğin bir tek kademeli yöntem ile, özellikle çöktürme ve kaplama, tercihe öğütülmüş malzeme ile kaplama yoluyla gerçekleştirilebilmektedir.

15 Ancak, polimer partikülleri ile kalsiyum karbonat partiküllerinin birbiriyle temas ettirildiği ve mekanik kuvvetler etkisiyle birbiriyle birleştirildiği bir prosedür kendisini ispat etmiştir. Amaca uygun şekilde, bu, uygun bir karıştırıcının veya bir değirmenin içinde, özellikle bir çarpmalı değirmenin, pimli milin veya bir ultra rotorlu değirmenin içinde yapılmaktadır. Burada rotor hızı tercihen 1 m/s'den daha büyüktür, tercihen, 10 m/s'den daha büyüktür, özellikle tercihen 25 m/s'den daha büyüktür, özellikle 50 m/s ila 100 m/s aralığındadır.

20 Mevcut buluşun özellikle tercih edilen bir uygulama şekline göre, bu prosedür, kalsiyum karbonat parçacıklarının polimer partiküllerinin iç kısmının içine sızmasına ve polimer tarafından mümkün mertebe tamamen kaplanmasına, böylece onların dışarıdan artık görülemez olmasına, yol açmaktadır. Bu tür parçacıklar, kalsiyum tuzu partikülleri olmayan polimer gibi işlenebilmektedir ve 25 kullanılabilir, ancak buluşa göre olan kompozit parçacıkların iyileştirilmiş özelliklerine sahiptirler.

30 Mevcut buluşun özellikle tercih edilen diğer bir uygulama şekline göre, bu prosedür, kalsiyum karbonat parçacıklarının polimer partiküllerinin iç kısmının içine sızmasına yol açmamaktadır, bilakis kalsiyum tuzu partikülleri daha ziyade

polimer partiküllerinin yüzeyinin üzerine sabitlenmektedir ve dışarıdan kolayca görülebilmektedir.

5 Buluşun özellikle tercih edilen bir birinci varyasyona göre, kompozit parçacıkların üretimi, JP62083029 A numaralı patent başvurusunda tarif edilen prosedüre dayalı olarak gerçekleştirilmektedir. Burada, büyük parçacıklar (bunlara ana partiküller denilmektedir), yüzeyinin üzerinde, küçük parçacıklar (bunlara bebek partiküller denilmektedir) ile kaplanmaktadır. Bu amaç için tercihen, bir yüksek hızlı rotoru, bir statoru ve tercihen içinde bir bıçağı kapsayan, küre şeklinde olan bir kabı  
10 kapsayan bir yüzey modifikasyon tertibatı ("*melezleştirici*") kullanılmaktadır. NARA Machinery Co., Ltd. firmasının, tercihen 118 mm'lik bir rotor-dış çapına sahip olan NARA melezleştirme sistemlerinin, özellikle NHS-0 veya NHS-1 adlı bir melezleştirme sisteminin kullanılması, kendini bu bağlamda özellikle ispat etmiştir.

15 Ana partiküller ile bebek partiküller karıştırılmaktadır, tercihen en ince şekilde dağıtılmaktadır ve melezleştiricinin içine sokulmaktadır. Orada, bebek parçacıklarının ana parçacıkların içine homojen bir şekilde yataklandırılması için, karışım, tercihen en ince şekilde dağıtılmaya devam edilmektedir ve tercihen  
20 tekrar tekrar mekanik kuvvetlere, bilhassa çarpma kuvvetlerine, sıkıştırma kuvvetlerine, sürtünme kuvvetlerine ve kesme kuvvetlerine ve parçacıkların karşılıklı etkileşimlerine maruz bırakılmaktadır, Tercih edilen rotor hızları, çevresel hızla göre 50 m/s ila 100 m/s aralığındadır.

25 Bu yönteme ilişkin diğer ayrıntılar için, bilhassa özellikle amaca uygun olan uygulama şekillerine ilişkin olarak JP62083029 A'ya atıfta bulunulur.

Özellikle tercih edilen diğer bir varyasyona göre, kompozit parçacıkların üretimi, DE 42 44 254 A1 numaralı patent başvurusunda tarif edilen prosedüre  
30 dayalı olarak gerçekleştirilmektedir. Buna uygun olarak, termoplastik malzeme 100 µm ila 10 mm olan bir ortalama parçacık çapına sahip olduğunda ve madde,

termoplastik malzemeye nazaran daha küçük bir parçacık çapına ve daha iyi bir ısı dayanımına sahip olduğunda, bilhassa yöntem aşağıdaki adımları kapsadığında, bir termoplastik malzemenin yüzeyinin üzerine bir maddenin sabitlenmesi yoluyla kompozit parçacıkların üretilmesi için öngörülen bir yöntem özellikle uygundur:

5

- ilk olarak, termoplastik malzemeye nazaran daha küçük parçacık çapına ve daha iyi ısı dayanımına sahip olan maddenin, tercihen bir karıştırma ünitesine ve bir ısıtma donanımına sahip olan bir tertibatın içinde karıştırılarak, tercihen termoplastik malzemenin yumuşama noktasından daha küçük olmayan bir sıcaklığa ısıtılması;
- termoplastik malzemenin, tertibatın içine eklenmesi; ve
- daha iyi ısı dayanımına sahip olan maddenin, termoplastik m malzemenin yüzeyinin üzerine sabitlenmesi.

10

15

Bu yönteme ilişkin diğer ayrıntılar için, bilhassa özellikle amaca uygun olan uygulama şekillerine ilişkin olarak DE 42 44 254 A1'e atıfta bulunulur.

20

Özellikle tercih edilen bir diğer varyasyona daha göre, kompozit parçacıkların üretimi, EP 0 922 488 A1 numaralı patent başvurusunda ve/veya US 6,403,219 B1 numaralı patente tarif edilen prosedüre dayalı olarak gerçekleştirilmektedir. Buna uygun olarak, bir çekirdek olarak işlev gören bir katı madde partikülünün üzerine, bir çarpma yoluyla, ince partiküllerin sabitlenmesi veya yapıştırılması ve akabinde çekirdek yüzeyinin üzerinde bir veya daha fazla kristalin büyümesi yoluyla kompozit parçacıkların üretilmesi için öngörülen bir yöntem özellikle avantajlıdır. Bu yönteme ilişkin diğer ayrıntılar için, bilhassa özellikle amaca uygun uygulama şekillerine ilişkin olarak EP 0 922 488 A1 numaralı patent başvurusuna ve/veya US 6,403,219 B1 numaralı patente atıfta bulunulur.

25

30

Özellikle tercih edilen diğer bir uygulama şekli çerçevesinde, kompozit parçacıklar üretimi, DE 0 523 372 A1'de tarif edilen prosedüre dayalı bir

sabitlemeye tabi tutulmaktadır. Bu özellikle, JP62083029 A numaralı patent başvurusunda tarif edilen yönteme göre elde edilmiş olan kompozit parçacıklar için amaca uygundur. Kompozit parçacıkların fiksajı burada tercihen termal plazma püskürtme yoluyla gerçekleştirilmektedir, burada tercihen en az 30 kW olan bir güce sahip olan ("reduced pressure plasma spraying device"), özellikle EP 0 523 372 A1'de tarif edilen cihaz kullanılmaktadır.

Bu yönteme ilişkin diğer ayrıntılar için, bilhassa özellikle amaca uygun olan uygulama şekillerine ilişkin olarak EP 0 523 372 A1'e atıfta bulunulur.

10

Buluşa göre olan kompozit parçacıklar mükemmel bir özellik profili ile karakterizedir. Onlar, mükemmel mekanik özelliklerin yanı sıra, çok iyi bir dağılılabilirliğe, harikulade bir öğütülebilirliğe, oldukça düşük bir toz oluşturma eğilimine ve ayrıca nispeten yüksek bir izotropiye sahiptir.

15

Ayrıca, kompozit parçacıkların içinde kalsiyum karbonatın mevcudiyeti, daha sonraki uygulamaların içinde, özellikle asit gruplarını ihtiva eden veya belirli koşullar altında asitler salabilen polimerlerin içinde bir pH-değeri stabilizasyonuna (tamponlama) olanak sağlamaktadır. Örneğin polivinil klorür ve polilaktik asit bu kapsamdadır. Ayrıca, opsiyonel olarak, bu surette son ürünün ucuzlamasının sağlanması amacıyla, pahalı malzemelerin yeri buluşa göre olan kompozit parçacıklar ile değiştirilebilmektedir.

20

Buluşa göre olan kompozit parçacıkların işlenmesi, nispeten kolay bir şekilde ve surette gerçekleştirilebilmektedir, zira buluşa göre olan çözüme göre artık iki bileşen (kalsiyum tuzu ve polimer) değil, sadece bir bileşen (kompozit parçacıklar) işlenmek zorundadır. Polimer ile kalsiyum karbonatın arasındaki sıkı bağlantı sayesinde dağılma sorunları gözlemlenmemektedir.

25

30

Ayrıca, ilgili tekli bileşenlerin oran ve büyüklük seçimi üzerinden, kompozit parçacıkların mikro yapısı, gözenekliliği ve geçirgenliği hedefli şekilde kontrol

edilebilmektedir. Kompozit parçacıkların kesintisiz kontrol edilebilen geçirgenliği, kesintisiz kontrol edilebilen gözenekliliği ve kesintisiz kontrol edilebilen izotropisi, yine sonuçta elde edilen bileşenlerin nihai yapısının, özellikle onların mikro yapısının, gözenekliliğinin ve geçirgenliğinin hedefli bir şekilde kontrol edilmesi için kullanılabilir. 5

Daha başka işlemeye yardımcı maddelerin, özellikle özel çözücülerin eklenmesi, buluşa göre olan kompozit parçacıkların işlenmesi esnasında kural olarak gerekli değildir. Bu, buluşa göre olan kompozit parçacıkların, özellikle farma- ve gıda sektöründe mümkün olan kullanım alanlarını genişletmektedir. 10

Buluşa göre olan kompozit parçacıklar doğrudan o haliyle kullanılabilir. Ancak, buluşa göre olan kompozit parçacıklar, sahip oldukları mükemmel özellik profilinden dolayı, biyomedikal mühendislik ve/veya mikro teknoloji alanındaki uygulamalar için bileşenlerin üretilmesi için ve/veya köpürtülmüş cisimlerin üretilmesi için özellikle katkı olarak, özellikle tercihen polimer katkısı olarak, etki artırıcı madde veya başlangıç malzemesi olarak uygundur. Özellikle tercih edilen, tıp teknolojisi alanına giren uygulamalar tercihen tekrar emilebilir implantları kapsamaktadır. Özellikle amaca uygun olan uygulama alanları enjeksiyon döküm yoluyla üretilen vidaları, preslenmiş plakaları, özellikle eriyikten preslenmiş plakaları, köpürtülmüş implantları ve ayrıca selektif imalat yöntemleri için toz halinde akabilir tozları kapsamaktadır, burada en son olarak belirtilen durumda, toplam parçacık büyüklüğü tercihen 3 mm'den daha küçüktür ve tercihen 0,5 µm'den daha büyüktür. 15 20

25

Buluşa göre olan kompozit parçacıklar, polimer katkısı olarak, tercihen matris polimeri olarak, en az bir polimerin, özellikle bir termoplastik polimerin içine eklenmektedir. Burada, buluşa göre olan kompozit parçacıkların bileşeni olarak da kullanılabilen polimerler özellikle tercih edilmektedir. Tekrarlamaların önlenmesi amacıyla, bilhassa tercih edilen polimer şekilleri bakımından, yukarıdaki açıklamalara atıfta bulunulur. Özellikle çok tercih edilen matris polimerler 30

polivinilklorür (PVC), poliüretan (PU), silikon, polipropilen (PP), polietilen (PE) ve polilaktik asit (PLA) kapsamaktadır.

5 Mevcut buluş çerçevesinde, matris polimeri ile kompozit parçacıkların polimeri, tercihen uygulama sıcaklığında birbiriyle karıştırılabilmektedir, özellikle tercihen kimyasal olarak aynıdır.

10 Özellikle tercih edilen bileşimler, en az bir matriks polimerinden ağırlıkça % 40,0 ila ağırlıkça % 99,9 ve buluşa göre olan en az bir kompozit parçacığından ağırlıkça % 0,1 ila 50,0 ihtiva etmektedir.

Bileşimin üretimi, aslında bilinen şekilde bileşenlerin karıştırılması yoluyla gerçekleştirilebilmektedir.

15 Sonra, bileşim, alışılmış şekilde işlem görmeye devam edebilmektedir, bilhassa granül haline getirilebilmektedir, öğütülebilmektedir, ekstrüde edilebilmektedir, enjeksiyon döküme tabi tutulabilmektedir veya da köpürtülebilmektedir.

20 Ayrıca, buluşa göre olan kompozit parçacıkları doğrudan, yani ilave polimerler eklenmeden, işlenmeye devam edilebilmektedir ve/veya kullanılabilmektedir.

Buluşa göre olan kompozit parçacıklarının avantajları burada bilhassa kompozit parçacıklarının granülasyonu, öğütülmesi, ekstrüzyonu, enjeksiyon dökümü, eriyikten preslenmesi ve/veya köpürtülmesi esnasında gözlemlenmektedir.

25

Mevcut buluş çerçevesinde, polimer köpüklerin üretimi, tercihen gaz halinde olan bir fazın, buluşa göre olan kompozit parçacıkları ve opsiyonel olarak en az bir matris polimerini içeren bir bileşimin içinde oluşturulması veya onun içine sokulması yoluyla gerçekleştirilmektedir. Burada hedef, eşit ve homojen bir köpük yapısının elde edilmesi için, gazın mümkün mertebe homojen bir şekilde

30

bileşimin içine dağıtılmasıdır. Gazın içeri sokulması çeşitli şekilde gerçekleştirilebilmektedir.

5 Gaz fazının oluşturulması tercihen bir üfleme ajanı eklenerek gerçekleştirilmektedir. Kimyasal reaksiyonlar yoluyla (kimyasal üfleme ajanları) veya faz geçişi yoluyla (fiziksel üfleme ajanları) gaz salımı yapan maddelere üfleme ajanı denilmektedir. Köpük ekstrüzyonunda veya köpük enjeksiyon dökümünde, kimyasal üfleme ajanı, bir ana parti şeklinde, bileşimin içine karıştırılmaktadır veya fiziksel üfleme ajanı doğrudan, basınç altında, bileşimin 10 eriyiğinin içine enjekte edilmektedir. Enjeksiyona doğrudan gazlama denilmektedir ve bilhassa termoplastik polimerlerin işlenmesinde kullanılmaktadır.

15 Bilhassa bu uygulama için, buluşa göre olan kompozit parçacıkların, bir akışkan maddenin, tercihen üfleme ajanının, polimerin içine sızabilmesine ve tercihen onu en azından kısmen çözebilmesine izin veren bir yapıya sahip olması, avantajlıdır. En az bir tercihen termoplastik polimeri içeren bir çekirdeğe ve en az bir çöktürülmüş kalsiyum karbonatı içeren bir kılıfa sahip olan kompozit parçacıklarda, kılıf, akışkan madde, bilhassa üfleme ajanı için, en azından kısmen 20 geçirgendir. Bu, tercihen, çekirdek yüzeyinin en az % 0,1'inin, tercihen en az % 0,5'inin, özellikle % 1,0 % ila 5'inin çöktürülmüş kalsiyum karbonat ile kaplanmaması yoluyla sağlanmaktadır. Bu etki, münferit çöktürülmüş kalsiyum karbonat parçacıklarının arasında tercihen mevcut bulunan ve akışkan madde, özellikle üfleme ajanı için uygun mikro kanalların oluşturulmasına yol açan 25 boşluklar ile güçlendirilmektedir.

Mevcut buluşun özellikle tercih edilen bir uygulama şekli çerçevesinde, kompozit parçacıklar, M. Avella, S. Cosco, M. L. Di Lorenzo, E. Di Pace, M. E. Errico Influence of CaCO<sub>3</sub> Nanoparticles Shape on Thermal and Crystallization Behavior of Isotactic Polypropylene based Nanocomposites Journal of Thermal 30 Analysis and Calorimetry, Vol. 80 (2005) 131-136 yayınında tarif edilen

prosedüre dayalı olarak köpürtülmektedir. Bu esnada, tercihen en az bir tekrar emilebilir polimeri, tercihen en az bir tekrar emilebilir poliesteri, özellikle polilaktikasit içeren, buluşa göre olan kompozit parçacıklar, tercihen yüksek basınç altında, amaca uygun şekilde oda sıcaklığında, tercihen CO<sub>2</sub> ile gazlanmaktadır. Burada CO<sub>2</sub>, polimer tarafından emilmektedir ve onun camsı geçiş sıcaklığı tercihen düşürülmektedir. Basınç düürldüğünde, kompozit parçacıkları köpürmektedir ve tercihen kalıbın, tercihen teflon kalıbın içine tam akış olmaktadır. Yöntem, böylece, termolabil maddelerin, her şeyden önce antibiyotiklerin ve osteoindüktif proteinlerin içeri sokulmasına olanak sağlamaktadır.

Aşağıda, mevcut buluş, birden fazla örnek ile, bundan dolayı buluş düşüncesi kısıtlanmadan, daha da açıklanmaktadır.

#### 15 **Karakterizasyon**

Mikro yapıli kompozit parçacık-parçacıklarının özellikleri aşağıdaki şekilde tayin edilmiştir.

#### 20 **Elektron mikroskobu**

Taramalı elektron mikroskobu görüntüleri,

bir yüksek gerilimli elektron mikroskobu (Zeiss, DSM 962) ile 15 kV'de alınmıştır. Numunelerin üzerine bir altın-palladyum tabakası püskürtülmüştür.

#### **Termogravimetri (TGA)**

Termogravimetri, bir PerkinElmer STA 6000 ile, nitrojen (nitrojen-akış hızı: 20 ml/dakika) altında, 10°/dakikalık bir ısıtma hızında 40°C ila 1000°C aralığında uygulanmıştır.

### Örnek 1

Amorf kalsiyum karbonattan ve bir amorf polilaktid (PLA)'dan oluşan mikro yapıli kompozit parçacıklar, JP 62083029 A'da tarif edilen yönteme dayalı olarak, NHS-0 cihazının kullanılması suretiyle, üretilmiştir. 12°C soğuk su ile soğutma yapılmıştır. Ana partikül olarak bir polilaktid-granülatı (ortalama parçacık büyüklüğü 3 mm) ve bebek partikülü olarak amorf kalsiyum karbonat tozu (DSACC; ortalama parçacık büyüklüğü 1 µm) kullanılmıştır.

16 g polilaktid-granülatı, 4 g CaCO<sub>3</sub>-tozu ile harmanlanmış ve 5.000 devir/dakika'da doldurulmuştur. Agreganın rotor hızı 16.000 devir/dakika'ya (100 m/s) ayarlanmış ve dozlanarak eklenen malzemeler 1 dakika işlem görmüştür. Bu prosedür, aynı malzeme miktarları ve makine ayarları ile tekrarlanmıştır. Toplamda 38 g yapıli kompozit parçacıklar kazanılmıştır.

SEM-analizi, PLA-yüzeyinin büyük ölçüde küre şeklinde olan DSACC-parçacıkları ile kaplı olduğunu göstermiştir (bakınız Şekiller 1a, 1b, 1c).

### Örnek 2

Kalsiyum karbonat kürelerinden (sferülitler; SPH) ve bir amorf polilaktid (PLA)'dan oluşan mikro yapıli kompozit parçacıklar, tıpkı Örnek 1'de tarif edildiği gibi, NHS-0 kullanmak suretiyle, üretilmiştir. Ana partikül olarak, Örnek 1'de tarif edilenle aynı olan polilaktid-granülatı ve bebek partikül olarak ortalama parçacık çapı 7 µm olan kalsiyum karbonat küreleri (sferülitler) kullanılmıştır.

16 g polilaktid-granülatı, 4 g CaCO<sub>3</sub>-tozu ile harmanlanmış ve 5.000 devir/dakika'da doldurulmuştur. Agreganın rotor hızı 16.000 devir/dakika'ya (100 m/s) ayarlanmış ve dozlanarak eklenen malzemeler 1 dakika işlem görmüştür. Aynı malzeme miktarları ve makine ayarları ile toplam 5 tekrarlama yapılmıştır. Toplamda 85 g yapıli kompozit parçacıklar kazanılmıştır.

Kazanılan yapılı kompozit parçacıklarının SEM-analizi, aşağıdaki SEM-görüntülerinde gösterilmektedir. PLA-yüzeyi sadece kısmen kalsiyum karbonat küreleri (sferülitler) ile kaplıdır (bakınız Şekiller 2a, 2b).

### 5 Örnek 3

Karma partikül şekline (sklenoeder ve iğneler; Schaefer Precarb® 400) sahip bir kalsiyum karbonattan ve poliamid-12 (PA12) bazlı bir ince tozdan oluşan mikro yapılı kompozit parçacıklar NHS-1 kullanmak suretiyle üretilmiştir. 12°C soğuk su ile soğutma yapılmıştır. Ana partikül olarak PA12 (ortalama parçacık büyüklüğü 50 µm) ve bebek partikülü olarak kalsiyum karbonat Schaefer Precarb® 400 (ortalama parçacık büyüklüğü 0,7 µm) kullanılmıştır.

85 g PA12-tozu, 15 g CaCO<sub>3</sub>-tozu Schaefer Precarb® 400 ile harmanlanmış ve agreganın 4.000 devir/dakikalık (50 m/s) bir rotor hızında doldurulmuştur. Dozlanarak eklenen malzemeler 1 dakika işlem görmüştür. Aynı malzeme miktarları ve makine ayarları ile toplam 8 tekrarlama yapılmıştır. Toplamda takriben 760 g yapılı kompozit parçacıklar kazanılmıştır.

Kazanılan yapılı kompozit parçacıklarının SEM-analizi Şekiller 3a, 3b’de gösterilmektedir.

Termogravimetri vasıtasıyla saptanan CaCO<sub>3</sub>-muhtevası % 14,4 PCC olmuştur.

Kazanılan yapılı kompozit parçacıkların partikül büyüklüğü dağılımı lazer kırınımı (Sympatec, Helos) vasıtasıyla tayin edilmiştir ( $d_{50} = 48 \mu\text{m}$ ).

### Örnek 4

Karma partikül şekline (sklenoeder ve iğneler; Schaefer Precarb® 400) sahip bir kalsiyum karbonattan ve poliamid-12 (PA12) bazlı bir ince tozdan oluşan mikro

yapılı kompozit parçacıklar NHS-1 kullanmak suretiyle üretilmiştir. 12°C soğuk su ile soğutma yapılmıştır. Ana partikül olarak PA12 (ortalama parçacık büyüklüğü 50 µm) ve bebek partikülü olarak kalsiyum karbonat Schaefer Precarb® 400 (ortalama parçacık büyüklüğü 0,7 µm) kullanılmıştır.

5

85 g PA12-tozu, 15 g CaCO<sub>3</sub>-tozu Schaefer Precarb® 400 ile harmanlanmış ve agreganın 8.000 devir/dakik'lık (100 m/s) bir rotor hızında doldurulmuştur. Dozlanarak eklenen malzemeler 3 dakika işlem görmüştür. Aynı malzeme miktarları ve makine ayarları ile toplam 2 tekrarlama yapılmıştır. Toplamda takriben 196 g yapılı kompozit parçacıklar kazanılmıştır.

10

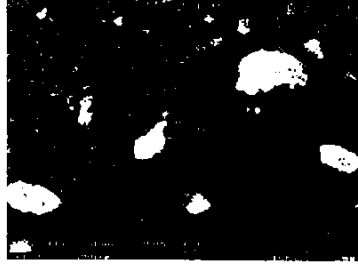
Kazanılan yapılı kompozit parçacıklarının SEM-analizi Şekiller 4a, 4b'de gösterilmektedir.

15 Termogravimetri vasıtasıyla saptanan CaCO<sub>3</sub>-muhtevası % 14,1 PCC olmuştur.

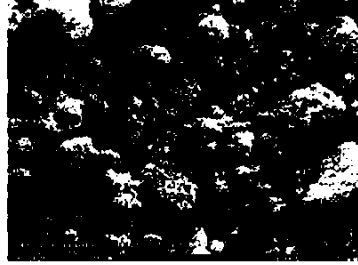
Kazanılan yapılı kompozit parçacıkların partikül büyüklüğü dağılımı lazer kırınımı (Sympatec, Helos) vasıtasıyla tayin edilmiştir ( $d_{50} = 51 \mu\text{m}$ ).

20

Şekil 1a



Şekil 1b



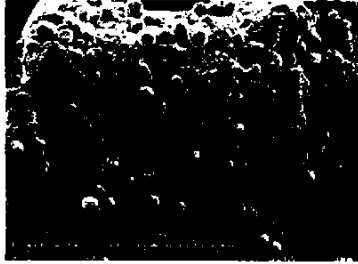
Şekil 1c



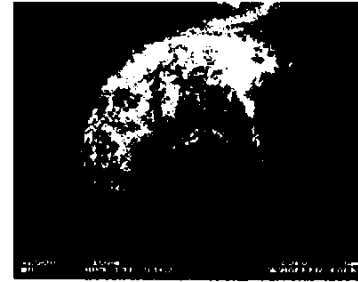
Şekil 2a



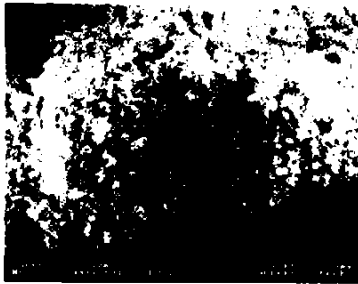
Şekil 2b



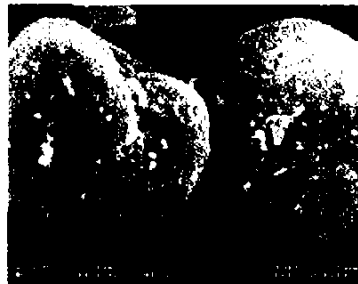
Şekil 3a



Şekil 3b



Şekil 4a



Şekil 4b

