



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 106894281 A

(43) 申请公布日 2017.06.27

---

(21) 申请号 201510955220.4

(22) 申请日 2015.12.17

(71) 申请人 上海东升新材料有限公司

地址 200233 上海市徐汇区上海市田林路  
388号1幢701室

(72) 发明人 施晓旦 杨迪 杨文博 廖秀驰

(74) 专利代理机构 上海申新律师事务所 31272

代理人 竺路玲

(51) Int. Cl.

D21H 17/70(2006.01)

---

权利要求书1页 说明书8页

---

(54) 发明名称

一种造纸用轻钙包覆纤维填料及其制备方法  
和应用

(57) 摘要

本发明公开了一种造纸用轻钙包覆纤维填料，按照重量份数，包括以下组分：氢氧化钙100份，纸浆浆料30-40份，二氧化碳气体200-300份，聚酰胺环氧树脂0.01-0.1份，聚丙烯酰胺0.04-0.1份，阳离子淀粉0.03-0.05份；同时还公开了一种造纸用轻钙包覆纤维填料的制备方法和应用。该碳酸钙包覆纤维填料能够提高填料保留效果、降低白水浓度，改善白水循环系统，并可提高成纸的定量、灰份、抗张强度，保留率等，节约纤维用量，降低成本。

1. 一种造纸用轻钙包覆纤维填料,其特征在于,采用以下重量份数的原料制备:

氢氧化钙	100 份
纸浆浆料	30-40 份
二氧化碳气体	200-300 份
聚酰胺环氧树脂	0.01-0.1 份
聚丙烯酰胺	0.04-0.1 份
阳离子淀粉	0.03-0.05 份。

2. 根据权利要求1所述的造纸用轻钙包覆纤维填料,其特征在于,所述氢氧化钙配制成浓度为15%~25%的溶液,2μm以下的粒子含量高于35%,白度高于87%。

3. 根据权利要求1所述的造纸用轻钙包覆纤维填料,其特征在于,所述纸浆浆料为针叶浆:阔叶浆=1:4~1:5,打浆度为40° SR~45° SR的混合浆料。

4. 根据权利要求1所述的造纸用轻钙包覆纤维填料,其特征在于,所述二氧化碳气体浓度为45%-60%。

5. 根据权利要求1所述的造纸用轻钙包覆纤维填料,其特征在于,所述聚酰胺环氧树脂分子量为3~6万。

6. 根据权利要求1所述的造纸用轻钙包覆纤维填料,其特征在于,所述聚丙烯酰胺分子量为300-1000万。

7. 如权利要求1-6任一项所述的造纸用轻钙包覆纤维填料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1,将聚酰胺环氧树脂溶液、聚丙烯酰胺溶液和阳离子淀粉溶液按顺序添加到纸浆浆料溶液中,充分搅拌均匀;

步骤2,将步骤1搅拌均匀后的混合组分加入到氢氧化钙溶液中,通过二氧化碳气体;

步骤3,控制反应温度为10-35℃、反应时间1-3,充分碳化反应后,PH值达8-9,过滤,蒸馏,制得造纸用轻钙包覆纤维填料。

8. 根据权利要求7所述的方法制备的造纸用轻钙包覆纤维填料,其固含量为20%~30%、粘度为15~60cps、pH为8~9和2μm以下粒子含量高于35%。

9. 一种根据权利要求1-6任一项所述的造纸用轻钙包覆纤维填料在造纸中的应用。

## 一种造纸用轻钙包覆纤维填料及其制备方法和应用

### 技术领域

[0001] 本发明涉及造纸技术领域，尤其涉及一种造纸用轻钙包覆纤维填料及其制备方法和在造纸中的应用。

### 背景技术

[0002] 随着造纸技术的发展，填料已成为绝大多数纸种中的一个必不可少的组分，是造纸的基本组分之一。在造纸过程中加入填料的主要目的是降低成本，使纸张获得某种特定的性能或者使其原有的性能得到改善。

[0003] 造纸用无机填料主要有碳酸钙、滑石粉、钛白粉、碳酸钙等，填料的加入能够代替纤维，既能改善纸张的性能，又能够降低生产成本，节约纸浆，降低环境影响，减轻生态环境负荷。但是，随填料用量的增加，一方面是因为纤维比例的减少导致纤维间氢键结合点数量的减少；另一方面是因为填料与填料之间或者填料和纤维之间不能形成氢键结合力，而且填料夹在纤维与纤维之间，在空间上也阻止了纤维与纤维间的氢键结合，因而纸张的强度和内聚力会受到较大影响，同时填料留着率往往有所下降。使造纸白水体系中的细小组分含量显著增加，由此在一定程度上增加了实际应用的困难性，也使加填量具有一定局限性（通常在15%~25%）。

[0004] 因此，开发轻钙包覆纤维填料，提高填料的保留率，降低纤维用量，是中外造纸行业目前对此都比较关注的方向；本发明就克服使用传统填料加填后白水浓度高、保留效果低，成纸强度受填料加填量增加受影响较大等缺点。

### 发明内容

[0005] 为解决上述现有造纸技术中存在的“传统填料加填后白水浓度高、保留效果低，成纸强度受填料加填量增加受影响较大”的问题。

[0006] 本发明提供了一种造纸用轻钙包覆纤维填料，使用碳酸钙包覆纤维填料后，能够提高填料保留效果、降低白水浓度，改善白水循环系统，并可提高成纸的定量、灰份、抗张强度，保留率等，节约纤维用量，降低成本。

[0007] 本发明还提供了一种造纸用轻钙包覆纤维填料的制备方法，该方法操作简单，成品率高，节省了人工成本，提高了经济效益。

[0008] 本发明还提供了一种造纸用轻钙包覆纤维填料在造纸中的应用，通过对造纸用轻钙填料进行处理从而提高留着率，提高纸张的定量、灰份、抗张强度，保留率等，节约纤维用量，从而降低生产成本，增加产品市场竞争力。

[0009] 为实现上述目的，本发明采用以下技术方案：

[0010] 本发明的第一个方面提供一种造纸用轻钙包覆纤维填料，采用以下重量份数的原料制备：

- [0011] 氢氧化钙 100 份  
纸浆浆料 30-40 份  
二氧化碳气体 200-300 份  
聚酰胺环氧树脂 0.01-0.1 份  
聚丙烯酰胺 0.04-0.1 份  
阳离子淀粉 0.03-0.05 份。
- [0012] 进一步地,所述造纸用轻钙包覆纤维填料,采用以下重量份数的原料制备:  
氢氧化钙 100 份  
纸浆浆料 35-40 份  
二氧化碳气体 220-260 份  
聚酰胺环氧树脂 0.01-0.05 份  
聚丙烯酰胺 0.05-0.08 份  
阳离子淀粉 0.03-0.05 份。
- [0014] 进一步地,所述造纸用轻钙包覆纤维填料,采用以下重量份数的原料制备:  
氢氧化钙 100 份  
纸浆浆料 38 份  
二氧化碳气体 250 份  
聚酰胺环氧树脂 0.03 份  
聚丙烯酰胺 0.06 份  
阳离子淀粉 0.04 份。
- [0017] 进一步地,所述氢氧化钙配制成浓度为15%~25%的溶液,2μm以下的粒子含量高于35%,白度高于87。
- [0018] 进一步地,所述纸浆浆料为针叶浆:阔叶浆=1:4~1:5,打浆度为40°SR~45°SR的混合浆料。
- [0019] 进一步地,所述聚酰胺环氧树脂分子量为3~6万。
- [0020] 进一步地,所述聚丙烯酰胺分子量为300-1000万。
- [0021] 本发明的第二个方面提供一种造纸用轻钙包覆纤维填料的制备方法,具体包括以下步骤:
- [0022] 步骤1,将聚酰胺环氧树脂溶液、聚丙烯酰胺溶液和阳离子淀粉溶液按顺序添加到纸浆浆料溶液中,充分搅拌均匀;
- [0023] 步骤2,将步骤1搅拌均匀后的混合组分加入到氢氧化钙溶液中,通过二氧化碳气体(通入量折合为纯二氧化碳量);
- [0024] 步骤3,控制反应温度为10-35℃、反应时间1-3,充分碳化反应后,PH值达8-9,过

滤、蒸馏,制得造纸用轻钙包覆纤维填料。

[0025] 所述制备方法制备的造纸用轻钙包覆纤维填料,其固含量为20%~30%、粘度为15~60cps、pH为8~9和2μm以下粒子含量高于35%。

[0026] 进一步地,所述二氧化碳气体浓度为45%-60%。

[0027] 进一步地,所述二氧化碳气体浓度为50%。

[0028] 进一步地,所述步骤3中反应温度为18℃,反应时间为2h。

[0029] 进一步地,所述氢氧化钙溶液固含量为15%~25%,2μm以下粒子含量高于35%,白度高于87。干基添加量为100份,其他组分按氢氧化钙组分添加。

[0030] 进一步地,所述纸浆浆料为针叶浆:阔叶浆=1:4~1:5,打浆度400SR~450SR的混合浆料,配制成浓度为0.7%~1.2%的纸浆浆料溶液,折干相对添加量为30~40份。

[0031] 进一步地,所述纸浆浆料为针叶浆:阔叶浆=1:4.5,打浆度400SR~450SR的混合浆料,配制成浓度为1.0%的混合浆料溶液。

[0032] 进一步地,所述聚酰胺环氧树脂分子量为3~6万,配制成浓度为3%~8%的聚酰胺环氧树脂溶液;优选地,配制成浓度为4~6%、pH值为8~11的聚酰胺环氧树脂溶液,折干相对添加量为0.05~0.10份;更优选地,配制成浓度为5%、pH值为8~11的聚酰胺环氧树脂溶液。

[0033] 进一步地,所述聚丙烯酰胺分子量为300~1000万,配制成浓度为0.1%~0.5%的聚丙烯酰胺溶液,折干相对添加量为0.05~0.1份;优选地,配制成浓度为0.3%的聚丙烯酰胺溶液。

[0034] 进一步地,所述阳离子淀粉配制成浓度为0.8%~1.5%的阳离子淀粉溶液,折干相对添加量为0.03~0.05份;优选地,所述阳离子淀粉配制成浓度为1.0%的阳离子淀粉溶液。

[0035] 进一步地,所述二氧化碳气体浓度为45%-60%。

[0036] 进一步地,所述二氧化碳气体浓度为50%

[0037] 上述,聚酰胺环氧树脂、混合浆料、聚丙烯酰胺、阳离子淀粉分别与水、甲苯、二甲苯、醇类(乙醇)和酮(丙酮)等溶剂配制成相应浓度的聚酰胺环氧树脂溶液、混合浆料溶液、聚丙烯酰胺溶液、阳离子淀粉溶液,优选的配制成相应的水溶液。

[0038] 本发明的第三个方面提供了一种轻钙包覆纤维填料在造纸中的应用。

[0039] 本发明制得的轻钙包覆的纤维填料,用作造纸湿部加填,白水降低21~25个百分点,填料保留率提高4~15个百分点。成纸定量提高1~5g/m<sup>2</sup>,灰份提高6~22个百分点,抗张强度提高5~11个百分点,总保留率提高2~5个百分点;

[0040] 本发明的轻钙包覆纤维填料能够代替纤维,节约成本,能够降低白水浓度,改善白水循环,减轻生态环境负荷。

[0041] 本发明造纸用轻钙包覆纤维填料的性能试验方法:

[0042] (1)动态滤水实验

[0043] 设计按上网浓度0.6%(纸料3g绝干),设计转速750r/min,将称量好的纸浆搅拌5秒后,填料搅拌5秒,然后加入助留剂搅拌5秒,打开排水阀10秒后取网下白水100ml,检测白水浓度、灰份,平行实验3次。

[0044] (2)手抄片实验

[0045] 设计抄纸浆料70g/m<sup>2</sup>,将称量好的纸浆搅拌1分钟后,加入填料搅拌2分钟,最后加CPAM搅拌2分钟取下,LABTECH73-62半自动纸页成型器抄片,经LABTECH 73-50标准纸页压榨机压榨后自然风干,检测纸样白度、不透明度、强度、灰份等指标。

[0046] 本发明采用上述技术方案,与现有技术相比,具有如下技术效果:

[0047] 本发明的轻钙包覆纤维填料应用于造纸中,白水降低21~25个百分点,填料保留率提高4~15个百分点,明显降低了白水浓度,增加白水回用率,节约部分清水用量;(2)成纸定量提高1~5g/m<sup>2</sup>,灰份提高6~22个百分点,抗张强度提高5~11个百分点,总保留率提高2~5个百分点;(3)填料保留率的增加、成纸定量、灰分的提高可以降低纤维用量,节约纸浆,降低成本,保护环境;(4)抗张强度的提高,改善了纸张的质量。

[0048] 本发明的轻钙包覆纤维填料能够代替纤维,节约成本,能够降低白水浓度,改善白水循环,减轻生态环境负荷。同时还能够提高定量、灰分、总保留率等,降低纤维用量,降低成本,增加产品市场竞争力。

## 具体实施方式

[0049] 本发明提供了一种造纸用轻钙包覆纤维填料及其制备方法和在造纸中的应用。使用碳酸钙包覆纤维填料后,能够提高填料保留效果、降低白水浓度,改善白水循环系统,并可提高成纸的定量、灰份、抗张强度,保留率等,节约纤维用量,降低成本。

[0050] 下面通过具体实施例对本发明进行详细和具体的介绍,以使更好的理解本发明,但是下述实施例并不限制本发明范围。

[0051] 实施例1造纸用轻钙包覆纤维填料的制备

[0052] 步骤1:将纸浆浆料为针叶浆:阔叶浆=1:4的纸浆、打浆度400SR的混合浆料,配制成的浆浓为0.8%的纸浆浆料溶液5kg,依次加入到反应釜中,加入浓度为5%的聚酰胺环氧树脂溶液1g,浓度为0.3%的聚丙烯酰胺溶液16.5g,浓度为0.8%的阳离子淀粉溶液5g,在转速为450r/min搅拌20min,使其混合均匀。

[0053] 步骤2:将500g固含量为20%的氢氧化钙溶液,加入到步骤1的纤维混合组分中,转速为500r/min,压力为0.3Mpa,搅拌30min使其混合均匀,降至常压,转速为300r/min。

[0054] 步骤3:通入二氧化碳浓度为45%的气体,在18℃±2℃左右,充分碳化反应,使pH达到8.5左右,通过过滤,蒸馏,得到固含量为25%轻钙包覆纤维填料。

[0055] 实施例2造纸用轻钙包覆纤维填料的制备

[0056] 步骤1:将纸浆浆料为针叶浆:阔叶浆=1:4的纸浆,打浆度400SR的混合浆料,配制成的浆浓为0.8%的纸浆浆料溶液3.75kg,加入到反应釜中,依次加入浓度为5%的聚酰胺环氧树脂溶液1g,浓度为0.3%的聚丙烯酰胺溶液16.5g,浓度为0.8%的阳离子淀粉溶液5g,在转速为450r/min搅拌20min,使其混合均匀。

[0057] 步骤2:将500g固含量为20%的氢氧化钙溶液,加入到步骤1的纤维混合组分中,转速为500r/min,压力为0.3Mpa,搅拌30min使其混合均匀,降至常压,转速为300r/min。

[0058] 步骤3:通入二氧化碳浓度为45%的气体,在18℃±2℃左右,充分碳化反应,使pH达到8.5左右,通过过滤,蒸馏,得到固含量为25%轻钙包覆纤维填料。

[0059] 实施例3动态透水实验:

[0060] 3.1实验样品:

[0061] 选用东升新材料(山东)有限公司生产的膏状轻钙填料(牌号:SSTL-PCC GZ40)和轻钙包覆的纤维填料。

[0062] 3.2实验条件:

[0063] 浆料配比:针叶浆20%+阔叶浆80%(混合浆打浆度400SR)

[0064] 泗水膏钙填料,轻钙钙包覆的纤维填料,CPAM助留;

[0065] 实验工艺:浆(75%)+填料(25%)+CPAM(200ppm);

[0066] (以上添加量均为干/干)

[0067] 设计按上网浓度0.6%(纸料3g绝干),设计转速750转,将称量好的纸浆搅拌5秒后,填料搅拌5秒,然后加入助留剂搅拌5秒,打开排水阀10秒后取网下白水100ml,检测白水浓度、灰份,平行实验3次。

[0068] 3.3实验数据

[0069] 实验数据(1)实验工艺:浆(75%)+填料(25%)+CPAM(200ppm);

[0070]

检测项目 样品	白水平均 浓度%	平均总保 留率%	白水滤渣 灰份%	纤维保留 率%	填料保留 率%
------------	-------------	-------------	-------------	------------	------------

[0071]

泗水膏钙填料	0.061	89.78	41.67	92.05	82.97
轻钙包覆的纤维填料	0.048	92.05	43.47	94.01	86.18
与泗水膏钙填料对	↓21.3	↑2.5	↑4.3	↑2.1	↑4.1

[0072] 实验数据(2)实验工艺:浆(75%)+填料(25%)+CPAM(200ppm);

[0073]

检测项目 样品	白水平均 浓度%	平均总保 留率%	白水滤渣 灰份%	纤维保留 率%	填料保留 率%
泗水膏钙填料	0.070	88.33	74.16	95.98	65.39
轻钙包覆的纤维填	0.052	91.33	72.26	97.09	74.95
与泗水膏钙填料对	↓25.7	↑3.7	↑2.6	↑1.2	↑14.6

[0074] 实验数据(3)

[0075]

检测项目 样品		白水 平均 平 均	平均总 保 留	白水滤 渣 灰	纤维保 留率%	填料保 留率%
浆(75%) +填料 (25%)	泗水膏钙填料	0.064	89.33	66.32	95.21	71.70
	轻钙包覆的纤维填料	0.049	91.83	68.03	96.52	77.78
	与泗水膏钙填料对	↓23.4	↑2.8	↑2.6	↑1.4	↑8.5
浆(70%) +填料 (30%)	泗水膏钙填料	0.079	86.83	73.39	94.99	67.79
	轻钙包覆的纤维填料	0.058	90.33	70.86	95.98	77.17
	与泗水膏钙填料对	↓26.6	↑4.0	↑3.4	↑1.0	↑13.8

[0076] 3.4 结论:

[0077] 1、通过试验(1、2)结果可以看出,添加轻钙包覆的纤维填料后,白水浓度下降了21.4%~25.7%,平均总保留率提高2.5%~3.7%,白水滤渣灰份降低了2.6%~4.3%,纤维保留率提高1.2%~2.1%,填料保留率提高4.1%~14.6%。

[0078] 2、通过实验数据(3)结果可以看出,提高部分填料添加量后,白水浓度下降,平均总保留率提高,白水滤渣灰份降低,纤维保留率提高,趋势一致。

[0079] 实施例4

[0080] 4.1 实验样品:

[0081] 选用东升新材料(山东)有限公司生产的泗水膏钙填料,和轻钙包覆的纤维填料。

[0082] 4.2 针叶浆20%+阔叶浆80%(混合浆打浆度400SR)

[0083] 工艺一:浆(75%)+填料(25%)+CPAM(200ppm);

[0084] 工艺二:浆(70%)+填料(30%)+CPAM(200ppm);

[0085] (以上添加量均为干/干)

[0086] 普通轻钙填料、轻钙包覆的纤维填料

[0087] 设计抄纸浆料70g/m<sup>2</sup>,将称量好的纸浆搅拌1分钟后,加入填料搅拌2分钟,最后加CPAM搅拌2分钟取下,LABTECH73-62半自动纸页成型器抄片,经LABTECH 73-50标准纸页压榨机压榨后自然风干,检测纸样白度、不透明度、强度、灰份等指标。

[0088] 4.3 实验数据:

[0089] 实验数据(4)工艺一:浆(75%)+填料(25%)+CPAM(200ppm);

[0090]

检测项目 样品		定 量 g/m <sup>2</sup>	白 度% 明 度%	不透 明 度%	灼烧 灰 份%	抗张 强 度 KN/m	裂断 长 Km	抗张 指 N*m/g	总保 留 率%
泗水膏钙填料		94.2	82.89	92.17	18.36	2.931	3.109	30.46	86.77
轻钙包覆的纤维填料		95.1	82.97	92.19	19.50	3.246	3.443	33.74	88.31

[0091] 实验数据(5)工艺一:浆(75%)+填料(25%)+CPAM(200ppm);

[0092]

样品	检测项目	定量 g/m <sup>2</sup>	白度 %	不透 明度 %	灼烧 灰份 %	抗张 强度 KN/m	裂断 长 Km	抗张 指 N*m/g	总保 留率 %
泗水膏钙填料		96.2	78.52	92.45	17.38	4.073	4.321	42.34	88.50
轻钙包覆的纤维填料		101.1	78.61	92.51	21.29	4.307	4.347	42.61	93.01

[0093] 实验数据(6)

[0094]

样品	检测项目	定量 g/m <sup>2</sup>	白度 %	不透 明度 %	灼烧 灰份 %	抗张 强度 KN/m	裂断 长 Km	抗张 指 N*m/g	总保 留率 %
浆 (75%) +填料 (25%)	泗水膏钙填 料	94.5	83.97	92.94	19.75	4.365	4.714	46.19	86.9 4
	轻钙包覆的 纤维填料	97.2	83.85	93.23	21.19	4.661	4.893	47.95	89.4 2
	与泗水膏钙 填料对比%	↑2.9	↑0.1	↑0.3	↑7.3	↑6.8	↑3.8	↑3.8	↑2.9
浆 (70%) +填料 (30%)	泗水膏钙填 料	90.8	84.74	92.87	23.10	3.785	4.253	41.68	83.5 4
	轻钙包覆的 纤维填料	94.1	84.63	93.30	24.46	4.255	4.614	45.21	86.5 7
	与泗水膏钙 填料对比%	↑3.6	↑0.1	↑0.5	↑5.9	↑12.4	↑6.1	↑8.5	↑3.6

[0095] 4.4结论:

[0096] 1、通过试验数据(4、5)结果可以看出,添加轻钙包覆的纤维填料后,定量提高1~5g/m<sup>2</sup>、灼烧灰份提高6.2%~22.5%,抗张强度提高5.7%~10.7%,总保留率提高1.8~5.1,白度、不透明度相近。

[0097] 2、通过实验数据(6)结果可以看出,增加轻钙包覆的纤维填料比例后,定量、灰分抗张强度总保留率均有不同幅度的提高,白度、不透明度相近。

[0098] 实验分析:

[0099] 1、通过试验结果可以看出,在与原添加量相同时,添加轻钙包覆的纤维填料后,白水浓度明显下降21~25个百分点,平均总保留率提高2~4个百分点,白水滤渣灰份降低了22~4个百分点,纤维保留率提高1~2个百分点,填料保留率提高4~15个百分点。成纸定量提高1~5g/m<sup>2</sup>,灰份提高6~22个百分点,抗张强度提高5~11个百分点,总保留率提高2~5个百分点。

[0100] 2、在其它条件不变,填料用量增加(由25%增至30%),白水浓度、白水滤渣灰份均有所降低,平均总保留率、纤维保留率、填料保留率均有不同幅度的提高,成纸定量、灰份、抗张强度、总保留率均有所提高,趋势一致。

[0101] 3、白水浓度下降,保留率提高,增加白水回用率,节约清水用量、干燥蒸汽的消耗,有助于节约造纸成本,减轻生态环境负荷。

[0102] 本发明通过一系列的研究、实验,证实用本方法制得的轻钙包覆的纤维填料,用作造纸湿部加填,白水降低21~25个百分点,填料保留率提高4~15个百分点。成纸定量提高1~5g/m<sup>2</sup>,灰份提高6~22个百分点,抗张强度提高5~11个百分点,总保留率提高2~5个百分点;增加填料添加量后,白水浓度、白水滤渣灰份均有所降低,填料保留率有所提高,成纸各项指标均有不同幅度的提高。

[0103] 因此,使用本发明的轻钙包覆纤维填料明显降低了白水浓度,增加白水回用率,节约部分清水用量;填料保留率的增加、成纸定量、灰分的提高可以降低纤维用量,节约纸浆,降低成本,保护环境,抗张强度的提高,还能提高纸张的质量。

[0104] 以上对本发明的具体实施例进行了详细描述,但其只是作为范例,本发明并不限制于以上描述的具体实施例。对于本领域技术人员而言,任何对本发明进行的等同修改和替代也都在本发明的范畴之中。因此,在不脱离本发明的精神和范围下所作的均等变换和修改,都应涵盖在本发明的范围内。