

P0201970 .

74.027/SZE

10040

A1

Bevonó szín

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

KIVONAT

A jelen találmány tárgyát bevont papír, karton és egyéb cellulózból készülő anyag készítésére alkalmas pigment bevonó készítmények, különösen javított reológiai (áramlási) tulajdonságokkal rendelkező bevonó készítmények képezik. A találmány tárgyát képezik továbbá a bevonó készítményekkel előállított bevont termékek és azok az új polimerek is, amelyek a bevonó készítményekben felhasználhatók.

A jelen találmány tárgyát képező bevonó szín készítmény olyan vizes diszperzió, amely

- (a) pigmentet,
- (b) kötőanyagot,
- (c) fluoreszkáló fehérítőszert és

(d) vízzoldható, etilénkötéseket tartalmazó telítetlen monomer vagy monomer elegyből képezett vízzoldható polimert tartalmaz, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az abban található vízzoldható polimer lényegében

- (i) 90-100 mól% hidrofób, lényegében nem ionos ismétlődő egységből és
- (ii) 0-10 mól% közötti anionos ismétlődő egységből áll,

valamint átlagos molekulatömege 50,000 és 500,000 közötti.

JELENTŐ ABBA SZÁMA: 4

Handwritten signature

2002 JÚL. 15

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

Bevonó szín

A jelen találmány tárgyát bevont papír, karton és egyéb cellulózból készülő anyag készítésére alkalmas pigment bevonó készítmények, különösen javított reológiai (áramlástan) tulajdonságokkal rendelkező bevonó készítmények képezik. A találmány tárgyát képezik továbbá a bevonó készítményekkel előállított bevont termékek és azok az új polimerek is, amelyek a bevonó készítményekben felhasználhatók.

A elkészített papír vagy karton felszínére történő pigment, azaz színező bevonó készítmények felvitele, például a nyomtathatóság, a felület fényesség és optikai tulajdonságok javítása érdekében, a technika állásából ismert. Ez a pigment bevonó készítmény a szakterületen bevonó színeként vált ismertté. Jellemző módon a bevonó színt a pigment vagy több pigment kötőanyaggal alkotott elegyét tartalmazó vizes diszperzió formájában visszük fel.

Általában a bevonó szín készítmény egy vagy több pigmentet, fluoreszkáló fehérítő szert (FWA-t), kötőanyagot, reológiai módosítószeret és adott esetben egyéb kémiai hatóanyagot tartalmaz. A pigment általában egy fehér szervesetlen szemcsés anyag, például kalcium-karbonát vagy kaolin és rendszerint a bevonó szín készítményben diszpergált szilárd anyagok legalább 75 tömeg%-át, gyakran legalább 85 tömeg%-át teszi ki. A fluoreszkáló fehérítő szerek (FWA-k), amelyeket más néven optikai fényesítő szereknek (OBA) is ismerünk, növelik a fény visszaverő tulajdonságokat, ily módon javítva a befedett lap fehérségét és csillogását. A kötőanyag, amely abból a célból van jelen, hogy a pigmentet a bevont papír- vagy kartonlaphoz ragassza, rendszerint egy polimer ragasztóanyag. A kötőanyag lehet diszpergált vízben nem oldódó polimer ragasztó részecskéket tartalmazó vizes latex (kaucsuktej). Egy másik alternatíva szerint a kötőanyag vízzeloldható keményítőt tartalmazó vizes készítmény lehet. Lehetséges alternatíva az is, hogy a kötőanyagként vizes latex polimer és keményítő egyidejűleg felhasználásra kerül. A bevonó szín

2002 JUL. 15



készítmény reológiai tulajdonságait rendszerint oly módon állítják be, hogy ennek a speciális alkalmazási célnak megfeleljen.

Jellegzetesen a bevonó szín készítményt a papír- vagy kartonlapra egy felhordó készülék segítségével visszük fel, amely lehet egy rúd vagy egy szórólapát. Igen elterjedtek a szórólapát felhordású bevonó készülékek, mert azokkal a bevonás akár 1200m/perc-es sebességgel is lehetséges és a bevonó szilárd anyag felhasználás 70%-os. Emellett a szórólapát biztosítja a bevonat egyenletes eloszlását a papír- vagy a kartonlap felületén és a fölös mennyiségű bevonó anyagot eltávolítja sima sík bevonatot hagyva hátra a felszínen. Fontos, hogy a nyomtathatóság javítása érdekében a bevonat sima felszínű és síkfelületű legyen.

Rendszerint szükséges a reológiai jellemzők egészen szűk paraméter intervallumok közé történő beállítása annak érdekében, hogy a felhordáshoz, a felületre történő felvitelhez a legmegfelelőbb áramlástani tulajdonságokat érjük el. Mivel a bevonó anyag felvitele rendszerint magában foglalja azt, hogy a bevonó anyag készítményt nagy nyíróerő hatásának teszik ki, fontos, hogy a felhordott készítmény helyes áramlási tulajdonságokat és víz visszatartási jellemzőket mutasson. Ezért a bevonó szín készítménybe áramlási tulajdonságot módosító szerek bekeverése standard gyakorlatnak számít. A bevonó szín készítmény víz visszatartó (azaz retenciós) képessége a készítmény vizet megtartó képességét jelenti. A víz papír- és kartonlapra való kieresztésének viszonylag lassúnak kell lennie annak érdekében, hogy a bevonó réteg felszíne simává váljon. A víz gyors penetrációja a papír- vagy kartonlapra a bevonó anyagból túlzott mennyiségű víz távozását eredményezné a turbina lapát elérése előtt, amely hátrányosan befolyásolná a szórólapát bevonat elsimító képességét. Ráadásul a lapra történő túlzott víz kieresztés a kötőanyag egyenetlen eloszlásához vezethet, amelyet kötőanyag migrációs jelenségként ismerünk. Jellegzetesen a kötőanyag migráció bevonat képzéskor a 'z-tengely' irányában jelentkezik. A kötőanyag migrációja következtében a felület károsodik, a felszíni tulajdonságok romlanak.

Mindezidáig számos különféle polimer anyagot használtak fel a bevonó szín készítmények reológiai és víz visszatartó tulajdonságainak és az azokból készülő



bevonatok minőségének javítására. Jól ismert és elterjedt olyan természetes polimerek alkalmazása, mint a nátrium-karboximetil-cellulóz, a hidroxietil-cellulóz, a metilcellulóz és a nátrium-alginát. Emellett számos különböző szintetikus polimert, ideértve a polivinil-alkoholt és az akril-polimereket, is javasoltak erre a célra. Például a 4,423,118 lajstromszámú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban olyan bevonó szín készítmény kerül ismertetésre, amely egy etilénkötések tartalmazó telítetlen karboxilsav kopolimer sűrítőanyagot, etilénkötések tartalmazó, telítetlen amid vegyületet, valamint korlátozott vízzoldhatósággal rendelkező hidrofób monomert tartalmaz. Az előnyös kopolimerek 30 tömeg% és 97 tömeg% közötti akrilsavból, 1 tömeg% és 50 tömeg% közötti akrilamidből és 2 tömeg% és 70 tömeg% közötti akrilnitrilből állnak.

Ha a bevonó szín készítmény esetében el is érjük az optimális áramlási és vízretenciós jellemzőket, a bevont papír- vagy kartonlap optikai tulajdonságai hátrányt szenvedhetnek. Ily módon kívánatos lehet egy olyan bevonó szín készítmény létrehozása, amely esetében a bevont papír- vagy kartonlap a megmaradó optimális reológiai tulajdonságai és magas víz visszatartási képessége mellett, ráadásul javított optikai tulajdonságokkal is rendelkezik.

A jelen találmány tárgyát képező bevonó szín készítmény olyan vizes diszperzió, amely

- (a) pigmentet,
- (b) kötőanyagot,
- (c) fluoreszkáló fehérítőszert és

(d) vízzoldható etilénkötések tartalmazó telítetlen monomer vagy monomer elegyből képezett vízzoldható polimert tartalmaz, amelyre jellemző, hogy az abban található vízzoldható polimer lényegében

- (i) 90-100 mól% hidrofób, lényegében nem ionos ismétlődő egységből és
- (ii) 0-10 mól% közötti anionos ismétlődő egységből áll,

valamint átlagos molekulatömege 50,000 és 500,000 közötti.

A felhasználásra kerülő pigmentek lehetnek olyan szervetlen anyagok, mint a kalcium-karbonát, kaolin agyag, alumínium vagy magnézium-szilikát, mint a kínai



agyag, bárium-szulfát, szatén vagy atlaszfény fehér, titán-dioxid, talkum, gipsz és muszkovit csillám. Egy másik alternatíva szerint a pigment lehet egy mikrogömbökből, például 0,1-1,0 μ m átmérőjű mikrogömbökből álló, polimer műanyag pigment, amely vagy üreges, lyukacsos vagy szilárd. Ezek a polimer műanyag pigmentek lehetnek polisztirol alapúak, amely polimer néha butadién vagy akril komponensekkel rendelkezik. Mindamellet előnyösen a pigment szervesetlen vegyület, előnyösebben kalcium-karbonát vagy olyan agyagokkal, mint a kaolin vagy a kalcium-karbonát, képzett elegyei. A pigment vagy a pigmentek elegyének megválasztását általában az egyes alkalmazási területek határozzák meg. Például az önmagában a kis bevonat tömegű (LWC) papírok esetében használt pigment komponens állhat pusztán csak agyagból. Kívánatos lehet a papír- vagy kartonlap felületére több bevonatréteg felvitele is. Az első bevonatok ('előbevonatok') kívánatos módon pigment komponensként 100% kalcium-karbonátot tartalmazhatnak, habár a legfelső rétegek esetében pigment komponensként kalcium-karbonát és agyag elegyeinek felhasználása is kívánatos lehet. Rendszerint a pigmentet általában legalább 40 tömeg% vagy 50 tömeg% szilárd anyag tartalmú vizes diszperzió formájában állítjuk elő. Előnyösen a pigment diszperzió legalább 60 tömeg% vagy 70 tömeg% és legfeljebb 80 tömeg% pigment diszperziót tartalmaz. Különösen előnyösen a pigment diszperzió 70 tömeg% és 72 tömeg% közötti kalcium-karbonátot tartalmaz.

A pigment diszperzió stabilitásának elősegítése érdekében bizonyos esetekben kívánatos a diszpergálószer hozzáadása. A diszpergálószer lehet például egy felületaktív anyag, jóllehet előnyösebben a diszpergálószer polimer diszpergálószer, például viszonylag kis molekulatömegű vízdoldható anionos polimer. Különösen előnyösek a 1000 és 6000 közötti molekulatömegű nátrium-polikarbonátok, ahogyan például mindez az EP-B-129329 számú európai szabadalmi leírásban ismertetésre kerül.

A pigment a bevonó szín készítményben jelenlévő összes szilárd anyag tartalomnak rendszerint legalább 75 tömeg%-át, például legalább 85 tömeg%-át vagy 90 tömeg%-át teszi ki.



A kötőanyag lehet például olyan kopolimereken, mint a butadién/sztirol, akrilonitril/butadién/sztirol, akrilsavészterek, akrilsav és észterek/sztirol/akrilonitril, etilén/vinilklorid, valamint etilén/vinilacetát; illetve olyan homopolimereken, mint a polivinil-klorid, a polivinilidén-klorid, a polietilén- és polivinil-acetát vagy poliuretánok, alapuló vizes latex polimer diszperzió. A kötőanyag diszperziók vizes emulziók polimerizációjával állíthatók elő. Az előnyös kötőanyagok sztirol/butil-akrilát vagy sztirol/butadién/akrilsav kopolimerekből vagy sztirol/butadién gumikból állnak. A találmány szerinti készítményekben alkalmazható egyéb polimer latexek kerülnek ismertetésre a 3,265,654 lajstromszámú, a 3,657,174 lajstromszámú, a 3,547,899 lajstromszámú és a 3,240,740 lajstromszámú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásokban. Jellegzetesen a diszperziók 0,05 mikron és 2 mikron közötti mérettartományba eső nagyságú részecskékből állnak és a kötőanyag tartalom 40 tömeg% és 55 tömeg% közötti.

A fluoreszkáló fehéritő szer (FWA) lehet bármely olyan fluoreszkáló képességgel rendelkező kémiai anyag, amely a fény spektrum ultraviola tartományában vesz fel fényt és a látható spektrumban bocsátja ki azt. Előnyösen a fluoreszkáló fehéritőszerek olyan sztilbén fluoreszkáló fehéritő szerek, mint amilyeneket a GB-A-2026566 közzétételi számú és a GB-A-2026054 közzétételi számú nagy-britanniai szabadalmi bejelentésekben írnak le vagy az EP-A-624687 közzétételi számú európai szabadalmi bejelentésben ismertetett bisz-sztilbén fluoreszkáló fehéritőszerek. A fluoreszkáló fehéritőszerek diamino-sztilbén -diszulfonsav származékok és disztiril-bifenil származékok. Előnyösen a fluoreszkáló fehéritőszerek általában legalább 30 tömeg%-os, például körülbelül 60 tömeg%-os, vizes tömény zagy formájában készülnek.

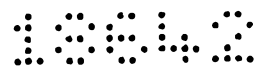
A jelen találmány tárgyát képező bevonó szín készítmény előnyösen 10 tömeg% és 70 tömeg% közötti pigmentet tartalmaz. A kötőanyagot előnyösen olyan mennyiségben alkalmazzuk, amely elegendő ahhoz, hogy a polimer vegyület szárazanyag tartalma 1 tömeg% és 30 tömeg% közötti, előnyösen 5 tömeg% és 25 tömeg% közötti, előnyösebben 7 tömeg% és 20 tömeg% közötti mennyiségű pigmentet tartalmazzon. A jelen találmány szerinti megoldás esetében felhasználásra kerülő



fluoreszkáló fehéritőszert mennyiségét oly módon határozzuk meg, hogy a fluoreszkáló fehéritőszert a pigment tömegét alapul véve előnyösen 0,01 tömeg% és 1 tömeg% közötti, előnyösebben 0,05 tömeg% és 1 tömeg% közötti legyen. Az áramlástani tulajdonságokat módosító reológiai szert a pigment tömegéhez viszonyítva 0,01 tömeg% és 5 tömeg% közötti, előnyösen 0,05 tömeg% és 2 tömeg% közötti, előnyösebben 0,1 tömeg% és 2 tömeg% közötti mennyiségben alkalmazzuk. A vizes diszperzió a diszperzió összes tömegéhez viszonyítva 50 tömeg% és 80 tömeg% közötti szilárd anyagot tartalmazhat, bár előnyösen a diszperziók körülbelül 70 tömeg% szilárd anyag tartalommal rendelkeznek.

A jelen találmány szerint bevonó szín készítmény előállítására szolgáló előnyös eljárás során a vizes kötőanyag emulziót és a vizes pigment diszperziót elegyítjük olyan mennyiségben, hogy a pigment és kötőanyag megfelelő részarányban legyen jelen, majd erőteljes keverés közben hozzáadjuk a fluoreszkáló fehéritőszert vizes diszperzióját annak biztosítása érdekében, hogy a vizes közegben a pigment, a kötőanyag és a fluoreszkáló fehéritő szer részecskék egyenletesen kerüljenek eloszlatásra. Szükséges lehet ekkor több víz hozzáadása, hogy helyes szilárdanyag tartalmat kapjunk. Előnyösen a vízzoldható polimert ((d) komponenst) akkor adjuk hozzá a vizes diszperzióhoz, amikor a többi komponenst elegendő mértékben elkevertük ahhoz, hogy biztosítsuk a többi komponens egyenletes eloszlását és ahol szükséges, további vizet adtunk hozzá. Azonban lehetséges a komponensek különböző módokon történő összekeverése. Például a fluoreszkáló fehéritőszert készítmény elegyíthető a kötőanyagokba, például olvadék emulgálás útján.

A találmány tárgyát képező bevonó szín készítmény optimális reológiai tulajdonságokat mutat, ideértve a jó víz visszatartó tulajdonságokat is, és a bevont papír- és kartonlapnak javított optikai tulajdonságok, különösen javított fényességet és fehérséget, biztosít. A találmány szerinti megoldás meglepő tulajdonsága és eredménye, hogy ezek a javított jellemzők annak a polimernek ((d) komponens) az alkalmazásából következnek, amely a speciális jellemzők olyan kombinációjával rendelkezik, hogy 1) abban 90-100 mól% közötti hidrofíll, lényegében nem ionos



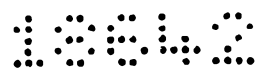
ismétlődő egységek és 0-10 mól% közötti anionos ismétlődő egységek vannak jelen, valamint 2) azok molekula tömeg tartománya specifikusan 50,000 és 500,000 közötti.

A találmány szerinti megoldás esetében alkalmazott vízdoldható polimer, d komponens a bevonó szín készítményben reológiai módosítószerként vagy víz megtartó összetevőként fejt ki hatást. Mindamellett világos, hogy a polimer javítja a bevont papír vagy karton optikai tulajdonságait is és így nemcsak reológiai módosítószernek kell tekinteni. Hatását tekintve a vízdoldható polimer ((d) komponens) tekinthető az optikai tulajdonságok javításában közreműködő segédanyagként funkcionáló összetevőnek is.

A jelen találmány szerinti vízdoldható polimert egy vízdoldható monomerből vagy monomer elegyből képezzük. Kíváncsú módon a monomer vagy monomerek vízdoldhatósága 5g/100ml fölötti, jóllehet előnyösen 10g/100ml. A monomer vagy monomer elegy lényegében nem szabad, hogy tartalmazzon vízben nem oldódó monomereket, mivel ez rontaná a bevonó szín készítmény által elérhető teljesítményt.

A jelen találmány szerinti vízdoldható polimer komponens lényegében 90-100 mól% közötti mennyiségű hidofil, lényegében nem ionos ismétlődő egységekből és 0-10 mól% közötti anionos ismétlődő egységekből áll. A polimer vízdoldható, nem ionos etilén kötéseket tartalmazó telítetlen monomer vízdoldható anionos etilén kötéseket tartalmazó telített monomerrel alkotott elegyből származtatható. Egy másik alternatíva szerint az anionos ismétlődő egységek létrehozhatók utólag reagáló ismétlődő egységekből, amelyek anionos csoportokká alakíthatók. Például a leágazódó amidcsoportot tartalmazó ismétlődő egységek lúggal reagáltatva hidrolizálhatók a megfelelő karboxilsavat állítva elő.

A vízdoldható polimert előnyösen például 10 tömeg% és 25 tömeg%, legelőnyösebben 15 tömeg% és 20 tömeg% koncentrációjú vizes oldat formájában állítjuk elő. A polimer bármely arra alkalmas olyan polimerizációs technikával, mint a gél polimerizáció, gyöngy polimerizáció, reverz fázisú emulzió polimerizáció vagy előnyösen oldat polimerizáció, előállítható. Ily módon a polimerek előállíthatók porok, gyöngypolimerek, vizes oldat, reverz fázisú emulzió vagy vízmentesített (dehidratált) reverz fázisú emulzió (folyadék diszperziós polimer) formájában.



A vízdoldható polimer komponens hidrofób, lényegében nem ionos ismétlődő egységei előnyösen az akrilamid, metakrilamid, N-vinil-pirrolidon, N-vinil-kaprolaktám, hidroxietil-akrilát és hidroxietil-metakrilát által alkotott csoportból kiválasztott, vízdoldható monomerből vagy monomerek elegyéből származnak.

Kívánt módon a vízdoldható polimer komponens anionos ismétlődő egységei előnyösen az akrilsav, a metakrilsav, a maleinsav, az itakonsav, a krotonsav, a 2-akril-amido-2-metil-propán-szulfonsav, az allil-szulfonsav és a vinil-szulfonsav által alkotott csoportból kiválasztott, vízdoldható anionos monomerből vagy monomerek elegyéből származnak. Az anionos monomer jelen lehet vagy az anionos monomerek jelen lehetnek szabad sav vagy vízdoldható alkálifém vagy ammónium só formában. Egy előnyös kiviteli alak esetében a bevonó szín készítmény vízdoldható polimer komponense lényegében (i) 90-99,5 mól% közötti, előnyösebben 92,5-99 mól% közötti hidrofil, lényegében nem ionos ismétlődő egységből, valamint (ii) 0,5-10 mól% közötti, előnyösebben 1-7,5 mól% közötti anionos ismétlődő egységből áll.

Munkánk során azt találtuk, hogy a bevonó szín készítmény teljesítménye tovább fokozható, amikor a vízdoldható polimer komponens 2,5 és 5 mól% közötti anionos ismétlődő egységek alkotják. Ily módon egy különösen előnyös találmány szerinti kiviteli alak esetében a bevonó szín készítmény vízdoldható polimer komponense lényegében

- (i) 95-97,5 mól% közötti hidrofil lényegében nem ionos ismétlődő egységekből, valamint
- (ii) 2,5-5 mól% közötti anionos ismétlődő egységekből áll.

Előnyösen a bevonó szín készítmény vízdoldható polimer komponense átlagos molekulatömege 50,000 és 300,000 közötti, előnyösebben 100,000 és 250,000 közötti tartományba esik, főként pedig 150,000 és 250,000 közé, speciálisan 180,000 és 230,000 közé esik, legelőnyösebben pedig körülbelül 200,000.

Egy másik aspektusát tekintve a jelen találmány tárgyát képezi az olyan bevonó szín készítménnyel bevont cellulóz termék, amely készítmény

- (a) pigment,

- (b) kötőanyag,
 - (c) fluoreszkáló fehéritő szer és
 - (d) vízzoldható etilén kötéseket tartalmazó telítetlen monomerből vagy monomer elegyből képzett vízzoldható polimer
- vizes diszperziójából áll, és amelyre jellemző, hogy
- (i) 90-100 mól% közötti hidrofil, lényegében nem ionos ismétlődő egységek, valamint
 - (ii) 0-10 mól% közötti anionos ismétlődő egységek alkotják és
- azok átlagos molekulatömege 50,000 és 500,000 közötti.

A jelen találmány tárgyát képező bevont cellulóz termék bármely fentiekben említett előnyös megvalósítási módot képező készítménnyel elkészíthető. A találmánynak ezt az aspektusát tekintve a bevont cellulóz termék javított nyomtathatóság, fényesség, ragyogás és fehérség tulajdonságokkal rendelkezik. Előnyösen a bevont cellulóz termék bevont papír vagy bevont karton.

Jellegzetesen a bevont cellulóz termék előállítható úgy, hogy a bevonat nélküli termék egy bevonat felhordására alkalmas berendezésen halad át, amelyből a bevonó szín felhordható. A bevonatot megszáritjuk, adott esetben felmelegített levegővel működő szárítók alkalmazásával. Egy előnyös kiviteli alak esetében, ahol a bevont cellulóz termék bevont papír- vagy bevont kartonlap, a bevonat nélküli papír- vagy kartonlapot egy bevonó készüléken juttathatjuk keresztül, amely olyan készülék bevonó rúd vagy propeller lehet, amelyről felvisszük a bevonó szín készítményt a papír vagy karton felszínére. Kívánatos módon a papír- vagy kartonlapon képződő bevonatot felmelegített levegővel működő szárítók alkalmazásával szárítjuk meg. Ezután kívánt esetben további bevonó réteget is fel lehet vinni a papír- vagy kartonlap be nem vont felületére. Kívánatos lehet a papír- vagy kartonlap felületére/felületeire néhány bevonat felvitele is többretegű bevonatot képezve. Szintén kívánatos lehet a bevonat fényesítése, például egy callendering berendezésben. Jellegzetesen a bevont papír- vagy kartonlapot két henger között továbbítjuk, amelyek közül az egyik a fényesíteni kívánt bevont felülettel szemben csúszik. A csúsztatási művelet eredményeként a bevont lap felületét nagyon fényesre csiszoljuk.

A találmány egy további aspektusa szerint a bevonó szín készítmény polimer komponense új vegyület. Ebből az aspektusból a találmány tárgyát képezi a vízdoldható, etilén kötéseket tartalmazó telítetlen monomerből vagy monomer elegyből képzett vízdoldható polimer, amelyre jellemző, hogy

- (i) 99-99,5 mól% közötti hidrofil lényegében nem ionos ismétlődő egységek, valamint
- (ii) 0,5-10 mól% közötti anionos ismétlődő egységek alkotják és azok átlagos molekulatömege 50,000 és 500,000 közötti.

A találmánynak ehhez az aspektusához tartozik emellett a bevonó szín készítmény polimer komponensének összes előnyös kiviteli alakja is.

A vízdoldható polimert előnyösen vizes oldat formájában állítjuk elő, például 10 tömeg% és 25 tömeg% közötti, legelőnyösebben 15 tömeg% és 20 tömeg% közötti koncentrációban. A polimer előállítható bármely arra alkalmas olyan polimerizációs technikával, mint a gél-, gyöngy- vagy oldat polimerizáció. Mindamellett a monomer vagy monomer elegy vizes oldatának polimerizációja lehet a legmegfelelőbb módszer, mivel az elkerüli a további feloldódási lépést, amely egyébként szükséges a felhordáshoz/felvitelhez helyes koncentrációban történő polimer biztosításához. Ily módon a vízdoldható polimer vizes oldata előállítható hagyományos módon úgy, hogy a 15 tömeg% és 20 tömeg% közötti koncentrációjú monomer vagy monomer elegy vizes oldatához iniciátorok, például ammónium-perszulfát, vizes oldatát adjuk hozzá az iniciátorok és a polimerizálódó anyag megfelelő eloszlásának biztosítása, valamint a polimerizáció folyamat elősegítése érdekében állandó keverés közben.

A találmány szerinti megoldást közelebbről az alábbi kiviteli példákon keresztül mutatjuk be.

Kiviteli példák

1. példa

'A polimer' előállítása

720kg akrilamidból és 18kg akrilsavból álló elegyet 735kg vízben feloldva monomer elegyet állítottunk elő. A reaktorba 2300kg vizet töltöttünk és ehhez 6 kg vízben feloldva 0,12kg ammónium-perszulfátot adtunk, majd a kapott elegyet alaposan

összekevertük. A reaktorba a monomer elegyet 1,5 órán keresztül adagoltuk, miközben a reaktorban lévő elegyet folyamatosan kevertettük. A monomer adagolás megkezdésével egyidejűleg 150kg vízben oldott 1,41kg tömegű ammónium-perszulfátot adagoltunk a reaktor tartalmához 2 órán keresztül. A polimerizáció befejeződésekor az így kapott vizes polimer oldat pH értékét 46 tömeg%-os vizes nátrium-hidroxid oldat alkalmazásával állítottuk be.

'B polimer' előállítása

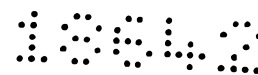
Az 'A polimer' előállítását célzó fentiekben ismertetett eljárást ismétljük meg azzal a különbséggel, hogy 702kg akrilamidot és 36kg akrilsavat használunk fel.

A bevonó szín készítményben alkalmazásra kerülő polimer összetevők jellemzése

Az 'A polimer' és a 'B polimer' egyaránt akrilamidból nátrium-akriláttal a fenti előállítási eljárásokkal készített kopolimer. A 'C polimer' ammónium-akriláttal előállított kopolimer, a 'D polimer' pedig 50 tömeg% etilacetáttal és 50tömeg% metakrilsavval előállított kopolimer, amelyet vizes emulzióként készítünk el, majd azt az észter csoportok elszappanosítása céljából vizes nátrium-hidroxid oldatban oldjuk fel. A polimer jellemzőiket az alábbi 1. táblázatban foglaljuk össze.

1. táblázat

polimer	készítmény (mól%)				polimer konc. (tömeg%).	átlagos molekula- tömeg
	AA	ACM	EA	MAA		
A	2,5 nátrium só	97,5			19,8	216,000
B	5 nátrium só	95			19,6	242,000
C	20 NH ₃ só	80			16	450,000
D	-	-	46,5	53,8	30	250,000



rövidítések:

AA	akrilsav
ACM	akrilamid
EA	etilakrilát
MAA	metakrilsav

2. példa

A bevonó szín készítmény előállítása és vizsgálata

1. készítmény

összetevő	mennyiség (tömegrész)
kalcium-karbonát (részecskeméret 95%-ban 2 mikron alatti)	50
kaolin (részecske méret 90%-ban 2 mikron alatti)	50
sztírol/butadién latex polimer (Dow DL 935)	10
fluoreszkáló fehéritő szer (diamino-sztilbén-hexaszulfonsav, Tinopal SPP)	1

A bevonó szín készítmény előállításakor a kaolint és a kalcium-karbonátot vizes diszperzió formájában összekeverjük. A sztírol/butadién latex polimert ezután hozzákeverjük a pigment diszperzióhoz, majd az így kapott elegyhez 1 tömegrész fluoreszkáló (diamino-sztilbén-hexaszulfonsavat, a Ciba Specialty Chemicals-től beszerezhető Tinopal SPP) fehéritőszert adunk hozzá.

A diszperzióból négy mintát veszünk és mindegyikhez A-tól D-ig polimereket adunk olyan adagokban, hogy 1800 és 2000 mPa.s közötti Brookfield viszkozitású elegyeket kapjunk. A bevonó szín készítmény minták 62 tömeg%-ban tartalmazznak szilárd összetevőket és pH értékük 8,2. Az egyes polimerek optimális dózisait az alábbi 2. táblázatban adjuk meg.

2. táblázat

polimer	dózis (a pigmentre vonatkoztatva tömeg%)
A	0,80
B	1,00
C	1,00
D	0,35

Víz retenció GWR (gsm)

A GWR víz retenció értékeket Gravimetriás víz retenció méterrel gsm értékben határozzuk meg 2 perces tartózkodási idő és $1,5 \times 10^5$ Pa nyomás paraméterek mellett 5mm-os polikarbonát membrán szűrők alkalmazásával. Az A-tól D-ig jelzett polimereket tartalmazó egyes minták esetében elvégzett mérések eredményeit a 3. táblázatban adjuk meg.

3. táblázat

polimer	víz retenció GWR (gsm)
A	130
B	110
C	130
D	144

Magas nyíróerő mellett mért viszkozitás

A magas nyíróerő esetében mért viszkozitást ICI-n mértük és mPas-ban adjuk meg és lemez viszkoziméterrel $10000s^{-1}$ mellett. Az A-tól D-ig jelzett polimereket tartalmazó egyes minták esetében elvégzett viszkozitás mérések eredményeit a 4. táblázatban adjuk meg.

4. táblázat

polimer	nagy nyíróerő esetén mért viszkozitás (mPas)@ $10000s^{-1}$
---------	--

A	220
B	145
C	105
D	60

Optikai tulajdonságok

Az egyenként A-tól D-ig jelzett polimereket tartalmazó bevonó szín készítmény mintákkal 1×10^8 Pa nyomás alkalmazásával vonjuk be a papírt 20g/m^2 bevonat tömeget állítva elő, a fényességet és fehérséget pedig Technibrite ERIC 950 készüléken mérjük. A fényesség és fehérség mérés eredményeit pedig az alábbi 5. táblázatban adjuk meg.

5. táblázat

polimer	fényesség (%) ISO	fehérség (%) CIE
A	81,65	74,24
B	81,35	72,7
C	81,0	72,65
D	79,98	71,0

3. példa

A bevonó szín készítmény előállítása és tesztelése

2. készítmény

összetevő	mennyiség (tömeg)
kalcium-karbonát	100 rész
sztírol-akril latex polimer	11 rész
fluoreszkáló fehéritő összetevő	1 rész
diamino-sztilbén-tetraszulfonsav	

A 2. készítmény szerinti bevonó szín készítményt a megfelelő komponensek összekeverésével állítjuk elő analóg módon a 2. kiviteli példában bemutatott előállítási eljárással.

Négyféle diszperzió mintát veszünk és az A-tól D-ig jelzett polimerekhez adjuk olyan mennyiségben (dózisban), hogy a Brookfield viszkozitás értéke 1100mPa.s és 1400mPa.s közötti legyen. A bevonó szín készítmény minták szilárdanyag tartalma 70 tömeg% és a pH érték 9,0. Az egyes polimerek esetében optimálisnak talált mennyiségeket (dózisokat) az alábbi 6. táblázatban mutatjuk be.

6. táblázat

polimer	dózis (tömeg% a pigment mennyiségre számítva)
A	0,65
B	0,41
C	0,32
D	0,15

Víz retenció GWR (gsm)

A GWR víz retenció értékeket a 2. kiviteli példában ismertetett módon határozzuk meg. A víz retenció mérések eredményeit az alábbi 7. táblázatban foglaltuk össze.

7. táblázat

polimer	víz retenció GWR (gsm)
A	180
B	190
C	200
D	191

Magas nyíróerő mellett mért viszkozitás

A magas nyíróerő esetében mért viszkozitás értékeket a 2. kiviteli példában ismertetett módon határozzuk meg. A magas nyíróerő mellett mért viszkozitás eredményeket az alábbi 8. táblázatban foglaltuk össze.

8. táblázat

polimer	nagy nyíróerő mellett mért viszkozitás(mPa.s)@10000s ⁻¹
A	80
B	65
C	75
D	80

Optikai tulajdonságok

Az A-tól D-ig jelzett polimereket tartalmazó bevonó szín készítmény mintákkal bevonjuk a papírokat és a 2. kiviteli példában ismertetett módon meghatározzuk az optikai fényesség és fehérség mutatókat. A mérések eredményeit az alábbi 9. táblázatban foglaltuk össze.

9. táblázat

polimer	fényesség (%) ISO	fehérség (%) CIE
A	86,7	82,75
B	86,2	81,35
C	85,9	80,65
D	83,38	77,40

4. példa

A bevonó szín készítmény előállítása és tesztelése

3. készítmény

összetevő

mennyiség (tömeg)

· kalcium-karbonát (a részecskeméret 99%-ban 2 mikron alatti)	20 rész
· kaolin	80 rész
sztírol-butadién akrilo-nitril latex polimer	12 rész
fluoreszkáló fehéritő összetevő, diamino-sztírbén-hexaszulfonsav (Tinopal SPP)	1 rész

A 3. készítmény példában megadott szerinti bevonó szín készítményt a megfelelő komponensek összekeverésével állítjuk elő analóg módon a 2. kiviteli példában bemutatott előállítási eljárással.

Négyféle diszperzió mintát veszünk és az A-tól D-ig jelzett polimerekhez adjuk olyan mennyiségben (dózisban), hogy a Brookfield viszkozitás értéke 1800mPa.s és 2000mPa.s közötti legyen. A bevonó szín készítmény minták szilárdanyag tartalma 61,6 tömeg% és a pH érték 7,5. Az egyes polimerek esetében optimálisnak talált mennyiségeket (dózisokat) az alábbi 10. táblázatban mutatjuk be.

10. táblázat

polimer	dózis (tömeg% a pigment mennyiségre számítva)
A	0,43
B	0,48
C	0,35
D	0,225

Víz retenció GWR (gsm)

A GWR víz retenció értékeket a 2. kiviteli példában ismertetett módon határozzuk meg. A víz retenció mérések eredményeit az alábbi 11. táblázatban foglaltuk össze.

11. táblázat

polimer	víz retenció GWR (gsm)
A	130
B	110
C	130
D	120

Magas nyíróerő mellett mért viszkozitás

A magas nyíróerő esetében mért viszkozitás értékeket a 2. kiviteli példában ismertetett módon határozzuk meg. A magas nyíróerő mellett mért viszkozitás eredményeket az alábbi 12. táblázatban foglaltuk össze.

12. táblázat

polimer	nagy nyíróerő mellett mért viszkozitás(mPa.s)@10000s ⁻¹
A	435
B	250
C	100
D	135

Optikai tulajdonságok

Az A-tól D-ig jelzett polimereket tartalmazó bevonó szín készítmény mintákkal bevonjuk a papírokat és a 2. kiviteli példában ismertetett módon meghatározzuk az optikai fényesség és fehérség mutatókat. A mérések eredményeit az alábbi 13. táblázatban foglaltuk össze.

13. táblázat

polimer	fényesség (%) ISO	fehérség (%) CIE
A	80,5	77,7
B	79,88	77
C	79,28	76,7
D	77,90	74,4

Az eredmények világosan mutatják, hogy a különféle pigment típusokat tartalmazó különböző bevonó szín készítmények esetében a reológiai tulajdonságok és fényesség tekintetében az A-val és B-vel jelzett polimerek nyújtják minden tekintetben a legjobb teljesítményt.

Szabadalmi igénypontok

1. Bevonó szín készítmény olyan vizes diszperzió, amely
 - (a) pigmentet,
 - (b) kötőanyagot,
 - (c) fluoreszkáló fehérítőszert és
 - (d) vízzoldható etilénkötéseket tartalmazó telítetlen monomer vagy monomer elegyből képezett vízzoldható polimert tartalmaz, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az abban található vízzoldható polimer elengedhetetlenül
 - (i) 90-100 mól% hidrofób, lényegében nem ionos ismétlődő egységből és
 - (ii) 0-10 mól% közötti anionos ismétlődő egységből áll,valamint átlagos molekulatömege 50,000 és 500,000 közötti.
2. Az 1. igénypont szerinti bevonó szín készítmény a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a vízzoldható polimer hidrofíl, lényegében nem ionos ismétlődő egységekből áll, amelyeket az aril-amid, metakril-amid, N-vinil-pirrolidon, N-vinil-kaprolaktám, hidroxietil-akrilát és hidroxietil-metakrilát által alkotott vegyület csoportból kiválasztott vízzoldható monomerekből származtatunk.
3. Az 1. vagy a 2. igénypont szerinti bevonó szín készítmény a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a vízzoldható polimer komponens anionos ismétlődő egységei vízzoldható anionos monomerből vagy monomerek elegyből származnak, amelyek az akrilsav, a metakrilsav, a maleinsav, az itakonsav, a krotonsav, a 2-akril-amido-2-metil-propán-szulfonsav, az allil-szulfonsav és a vinil-szulfonsav által alkotott csoportból kerülnek kiválasztásra és ahol a monomer szabad sav vagy vízzoldható alkálifém- vagy ammónium só formában van jelen.
4. Az 1-3. igénypontok bármelyike szerinti bevonó szín készítmény a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a vízzoldható polimer komponens lényegében
 - (i) 90-99,5 mól% közötti hidrofíl, lényegében nem ionos ismétlődő egységből,valamint

(ii) 0,5-10 mól% közötti anionos ismétlődő egységből áll.

5. Az 1-4. igénypontok bármelyike szerinti bevonó szín készítmény a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a vízdoldható polimer komponens lényegében

(i) 92,5-99 mól% közötti hidrofíl, lényegében nem ionos ismétlődő egységből, valamint

(ii) 1-7,5 mól% közötti anionos ismétlődő egységből áll.

6. Az 1-5. igénypontok bármelyike szerinti bevonó szín készítmény a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a vízdoldható polimer komponens lényegében

(i) 95-97,5 mól% közötti hidrofíl, lényegében nem ionos ismétlődő egységből, valamint

(ii) 2,5-5 mól% közötti anionos ismétlődő egységből áll.

7. Az 1-6. igénypontok bármelyike szerinti bevonó szín készítmény a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a vízdoldható polimer átlagos molekulatömege 50,000 és 300,000 közötti.

8. Az 1-7. igénypontok bármelyike szerinti bevonó szín készítmény a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a vízdoldható polimer átlagos molekulatömege 100,000 és 250,000 közötti.

9. Cellulóz termék, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az 1-8. igénypontok bármelyike szerinti bevonó szín készítménnyel került bevonásra.

10. Vízdoldható, etilén kötéseket tartalmazó telítetlen monomerből vagy monomer elegyből képzett vízdoldható polimer, a z z a l j e l l e m e z v e, hogy lényegében (i) 99-99,5 mól% közötti hidrofíl, lényegében nem ionos ismétlődő egységek, valamint (ii) 0,5-10 mól% közötti anionos ismétlődő egységek alkotják, és azok átlagos molekulatömege 50,000 és 500,000 közötti.

Abne
pöreg-
uics.

2002 JÚL. 15

Szentpéteri Zsolt
szabadalmi ügyvivő
B.G. & K. Szabadalmi Ügyvédi Iroda
tagja
4-1062 Budapest, Andrássy út 113.
Tel.: 461-1099 Fax: 461-1099