



FI 000103402B



S U O M I - F I N L A N D
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(12) **PATENTTIJULKAISU**
PATENTSKRIFT

(10) **FI 103402 B**

(45) Patentti myönnetty - Patent beviljats 30.06.1999

(51) Kv.lk.6 - Int.kl.6

C 01F 11/18

(21) Patenttihakemus - Patentansökning 964132

(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag 14.10.1996

(24) Alkupäivä - Löpdag 14.10.1996

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig 15.04.1998

(73) Haltija - Innehavare

1. **FP-Pigments Oy**, Ahventie 4 A 21-22, 02170 Espoo, (FI)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. **Virtanen, Pentti**, T-linja 38 A, 37800 Toijala, (FI)

(74) Asiamies - Ombud: **Seppo Laine Oy**, Itämerenkatu 3 B, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Prosessi ja laitteisto saostetun kalsiumkarbonaatin valmistamiseksi
Process och anordning för framställning av utfällt kalciumkarbonat

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Menetelmä ja laitteisto kaustisoimalla tuotettavan saostetun kalsiumkarbonaatin valmistamiseksi. Menetelmä koostuu homogeenisistä prosessiaskelista ja suodatuksesta. Homogeenisiä prosessi-askeleita ovat kalkin sammutus iskusekoittajassa, jolloin sammutetuista kalsiumhydroksidi hiukkasista 80 % on pienempi kuin 3 mikronia, sammutetun kalkin ja soodan kontakti iskusekoittajassa, reaktioseoksen kypsytyksy sekoittamattomassa tilassa. kiteiden kasvun katkaisu iskusekoittajassa tai vastaavassa homogeenisen viipymäajan ja iskuenergian antavassa laitteessa, sekä kiteiden ja muodostuneen lipeän erotus suodattamalla. Keksinnön mukaan kiteiden kasvu katkaistaan homogeenisellä iskusekoituksella, kun seisovan ja kysyvän massan geelimuodostuksen jälkeinen viskositeetti on laskenut ja tämän jälkeisellä ajalla säädetään kidekokoa. Laitteisto käsittää kolme yksikkökonaaisuutta, nimittäin sammutusyksikön, reaktori- ja kypsytyksyksikön sekä suodatus- ja liettoyksikön.

Förfarande och anordning för framställning av utfällt kalciumkarbonat producerat genom kausticering. Förfarandet består av homogena processteg och filtrering. De homogena processtegen utgörs av kalksläckning i en slagblandare, varvid 80 % av de släckta kalciumhydroxidpartiklarna är mindre än 3 mikrometer, kontakt mellan den släckta kalken och soda i slagblandaren, mogning av reaktionsblandningen i ett oblandat tillstånd, avbrytning av kristallernas tillväxt i slagblandaren eller i en motsvarande anordning, som ger en homogen uppehållstid och en slagenergi, samt separering av kristallerna och den bildade luten genom filtrering. Enligt uppfinningen avbryts kristallernas tillväxt medelst en homogen slagblandning, när den stående och mognande massans viskositet efter gelbildningen har minskat, och kristallstorleken regleras under tiden därefter. Anordningen omfattar tre enhetshelheter, nämligen släckningsenheten, reaktors- och mogningsenheten samt filtrerings- och uppsamlingsenheten.

Prosessi ja laitteisto saostetun kalsiumkarbonaatin valmistamiseksi

Esillä oleva keksintö koskee patenttivaatimuksen 1 mukaista menetelmää saostetun kalsiumkarbonaatin valmistamiseksi.

5

Keksintö koskee myös laitteistoa saostetun kalsiumkarbonaatin valmistamiseksi.

10

Saostettu kalsiumkarbonaatti (PCC) on yleistynyt runsaasti etenkin paperin pinnoituksessa ja täytössä. Samaa PCC-materiaalia käytetään myös muovien täyteaineena ja monien lääkeaineiden ja väripigmenttien kantaja-aineena. Tyypillinen kantaja-ainekäyttö on lämpöreagoivat diatsoyhdisteet, joita käytetään esim. piirturipapereissa ja aiemmissa telefax-papereissa.

15

Saostettu kalsiumkarbonaatti on useimmiten valmistettu savukaasuilla karbonoimalla kalsiumhydroksidilietettä. Tunnetaan myös menetelmä, jossa ammonium-, kalium- tai natriumkarbonaatti käytetään ns. kaustisointireaktion kautta. Kaustisointireaktio on perinteisen selluloosan valmistuksen kemikaalien regenerointi tavoista yleisin. Ns. sulfaati-selluloosamenetelmässä kalkki kiertää kaustisoinnin ja polttouunin välillä ja saatavaa PCC-materiaalia ei oteta talteen.

20

Yhdysvaltalainen Glatfelter Co on hakenut patenttia FI 942815, jossa tunnusmerkkinä esitetään, että reagenssit, sooda ja kalkkimaito saatetaan kosketuksiin toistensa kanssa sekoittamalla ne useammassa kuin yhdellä reagenssivirralla ja antamalla lopulta seoksen reagoida 1 - 8 tuntia lämpötila alueella 27 - 60 °C. Tällä lailla saadaan noin 1,2 mikronin kokoisia ns. rosetteja eli PCC-kideryppäitä aikaan. Prosessina eli laitteistona käytetään sekoitussäiliötä, joka on varustettu sekottimella, jonka kehänopeudeksi ilmoitettiin 6,6 m/s. Saatu PCC-liete erotetaan reaktiossa syntyneestä lipeästä (NaOH) suodattamalla. Suodatuskakku uudestaan lietetään veteen ja neutraloidaan CO₂:lla.

25

30

US-patenttijulkaisussa 5.342.600 on esitetty, että PCC:tä voidaan valmistaa edullisesti kaustisoimalla kun reagenttina käytetty kalsiumhydroksidi on ensiksi seulottu 40 - 70 mikronin seulalla ja sen jälkeen sekoitettu suuri leikkausvoimaisessa sekoittajassa ennen

alkalimetallikarbonaatin kanssa tapahtuvaa reaktiota.

5 US-patenttijulkaisun 5.075.093 mukaan käytetty kalsiumhydroksidiliete johdetaan ennen reagointia alkalikarbonaatin kanssa leikkaavaan hajoitukseen, siten että sammutetun kalkkimaidon viskositeetti olennaisesti lisääntyy tiettyyn arvoon. Tämä merkitsee että hienoinen aines lisääntyy ja/tai muodostuu ketjumaisia partikkelikasautumia.

10 Monissa patenttijulkaisuissa, joissa PCC:tä valmistetaan kaustisoimalla lisätään jotakin kiteytymistä hidastavaa kemikaalia, kuten sokeria jne. jotta saadaan aikaan hienoja kiteitä.

Yleisesti on ollut jo kauan tiedossa, että erittäin hienoa PCC:tä, jota on käytetty lähinnä kääketieteellisiin tarkoituksiin ja farmakopeassa, on saatu aikaan antamalla CaCl_2 ja $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ reagoita keskenään. Tällöin on helposti saatu aikaan 0,05 - 0,5 mikronin PCC-partikkeleita. Voidaan todeta, että sanottu prosessi on kallis.

15 Patenttijulkaisussa WO 96/23728 käsittelemme samaa asiaa, mutta tässä on prosessin yksityiskohtia olennaisesti parannettu ja selvennetty, sekä laitteistoa kehitetty täyttämään tietyissä monissa yksityiskohdissa teollisen toteutuksen vaatimukset.

20 Tässä keksinnön mukaisessa prosessissa, jonka olemme kehittäneet, tehdään useimmat asiat aivan toisin, kuin monissa aiemmin julkaistuissa patenteissa ja tämän prosessin kehittelyn yhteydessä on havaittu ja opittu uutta kiteytyksen ja saostuksen teoriaa, jota käytetään täysimääräisesti hyväksi.

25 Edelleen prosessin käsittelyn yhteydessä on opittu monia prosessitoteutuksen vaativia laiteteknillisiä yksityiskohtia.

Tämän keksinnön olennaisimpina piirteinä on, että:

30 - Kalkki sammutetaan nopeakäyntisessä iskusekoittajassa, jossa muodostuu erittäin hienojakoista sammutettua kalkkia.

- Sammutettu kalkki ja soodaliuos johdetaan tasamoolisuhteessa samanlaiseen nopeakäyntiseen iskusekoittajaan, jossa sen viipymäaika on < 1 sekunti.

- Reaktioseos saa reagoida tietyn ajan ilman sekoitusta.

5

- Kiteiden kasvu pysäytetään nopeakäyntisellä iskusekoittajalla.

- Kiteet suodatetaan siten että ne pestään suodattimessa neutralointiainetta sisältävällä pesunesteellä.

10

Täsmällisemmin sanottuna keksinnön mukaiselle menetelmälle on pääasiallisesti tunnusomaista se, mikä on esitetty patenttivaatimuksen 1 tunnusmerkkiosassa.

15

Prosessi perustuu kolmeen prosessiyksikköön: 1) sammutusyksikkö, 2) reaktio- ja kypsytyksyksikkö sekä 3) suodatus-, hiilidioksidi-käsittely- ja liettoyksikkö.

20

Laitteisto koostuu siksi kalkinsammutussekoittajasta, joka on nopeakäyntinen tappimylly tai desintegraattorisekoitin, jossa kehänopeudet ovat jopa 200 m/s; sammutussäiliöstä, jota ei sekoiteta, jossa kalkki sammuu loppuun suhteellisen lyhyessä ajassa, noin 5 - 20 min; samanlaisesta sekoittajasta kuin edellä, jossa sammutetun kalkin ja soodaliuoksen kontakti tapahtuu; kypsytyksastiasista, jota ei sekoiteta; sekä kiteiden kasvun katkaisevasta edellä kuvatusta tehosekoittajasta ja suodatkuksesta, sekä esisuodoksen palauttamisesta erilliseen pumppausastiaan, josta se pumpataan suodatuskakun muodostumisen jälkeen pumppausastiaan, josta se pumpataan suodatuskakun muodostumisen jälkeen suodatkukseen uudelleen.

25

Keksinnön mukaiselle laitteistolle on tunnusomaista se, mikä on esitetty patenttivaatimuksen 11 tunnusmerkkiosassa.

30

Keksintöä ryhdytään seuraavassa lähemmin tarkastelemaan oheisten piirustusten avulla, jolloin

kuviossa 1 on verrattu deintegraattorisekoittajan ja normaalin säiliösekoittajan sekoitusintensiteettiä ja sen jakautuman tilavuusalkion polun varrella, ja

kuviossa 2 on esitetty keksinnön mukaisen prosessin yleisprosessikaavio.

5 Esillä olevan keksinnön mukaisen ratkaisun erityisideana on, että kaikissa vaiheissa pyritään homogeenisiin aineensiirto- ja kiteytysolosuhteisiin, joissa kaikkien asioiden, kuten aineensiirron ja diffuusion ja jauhtusasteen, kiteiden katkeamisen ja alussa kalkin sammumisen, saa aikaan olosuhteet, joissa kaikkia partikkeleita kohdellaan samalla teholla, diffuusiolla, ja ajalla = homogeeninen prosessi.

10 Prosessia kehiteltäessä on yllättäen havaittu, että on saavutettu ns. kriittinen partikkelikoko jakautuma, joka on kaikissa vaiheissa niin kapea, että pienet partikkelit eivät enää liukene ja suuret kasva, vaan suspenssion partikkelit kasvavat kaikki hyvin lähellä samaa nopeutta.

15 Reagenssin sekoitusta seuraavassa kypsytyssastiassa, jossa vain homogeeninen diffuusio saa vaikuttaa (jatkuvatoiminen), alkaa tietyn nukleatiovaiheen jälkeen tietyssä kerroksessa viskositeetti jyrkästi nousta, laskeakseen jälleen 5 - 20 min kuluttua alemmalle tasolle, josta hetkestä saatetaan määrätä viipymäaika jonka jälkeen kiteet ovat melko nopeasti saatettava katkaisusekoitukseen ja suodatukseen. Käsite katkaisusekoitus on tämän keksinnön erityisiä havaintoja. Kiteiden kasvu loppuu ja hidastuu, kun ne saavat erityisen rajun isku- ja leikkausvoimasarjan, joka ilmeisesti vaurioittaa kiteiden kasvukeskuksia, kuten kiteen terävää päätä tms. osaa, jolloin kasvu lakkaa. Samalla on homogenoitu kiteiden koko, jolloin epätasaista kasvua ei pääse alkuun kun kaikilla on sama pintaenergia.

25 Sekä kalkin sammutuksen kypsytyssastia, että kaustisoinnin kypsytyssastia ovat olennaisen tärkeitä rakenteeltaan, jotta prosessi olisi jatkuvasti käytettävissä. Kummankin astian seinämät, erityisesti siitä kohdasta, jossa on neste-kaasukehä rajapinta ja sen lähetyvillä, ovat herkästi tukkeutuvia joihin kiinnittyy jatkuvasti PCC:tä ja/tai kalkkia.

30 Kehittämässämme ratkaisussa on kummatkin astiat varustettu yläosan vaippajäähdyttäjillä, jota saavat aikaan jatkuvan vesihöyryn kondenssion ja näin jatkuvan alas valuva vesivirran, joka pesee hankalan likaantuvan rajapinnan pitäen sen puhtaana.

Erityisen edulliseksi tämä hankala kohta saadaan jos siinä käytetään polyeteeni-muovi-

päälystettä tai erityisesti fluorattuja polymeerejä.

Prosessin erityispiirteenä voidaan mainita, että suodatuksessa ja suodattimessa on edullista, mutta ei pakollista, neutraloida PCC-sakka esim. hiilidioksidilla tai/ja fosforihapolla.

5

Prosessille on tyypillistä myös, että vain CaO:n syöttöä säädetään ulkoisesti, soodan ja veden syöttö on kaskadisäädöllä ja $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sekä PCC-kypsytyssäiliöistä on edullisesti ylivirtausta, jolla säästetään monta säätöpiiriä ja pumppuja.

10 Esimerkki:

Poltettu kalkki johdetaan saatu massa iskusekoittajaan 1, jota käyttävät 2 x 20 kW moottorit ja jossa kehänopeudet ovat 46 m/s.

15 Materiaali syötetään iskusekoittajaan nopeudella 0,2 kg/s CaO ja 1,17 kg/s vettä. Sammutusveden lämpötila on 30 °C. Ulostullessaan kalkkilietteen lämpötila on 77 - 78 °C. Massavirrasta 30 %, joka sisältää jauhettua materiaalia isompia partikkeleita, palauteaan iskujauhimesta 1 seuraavasta erottimesta 2 tämän alitteena 3 takaisen jauhimeen.

20 Iskusekoittajalla 1 jauhattu ja sammutettu kalkki annettiin "kypsyä" seisontasäiliössä 4 viisi - kymmenen minuuttia, jolloin lämpötila nousi 1 - 2 astetta ja kalkki havaittiin olevan lähes 100 % sammunutta.

25 Sooda sekoitettiin ja liuotettiin veteen 20 %:ksi liuokseksi ja pumpattiin yhtäaikaan sammuneen kalkkilietteen kanssa edellä kuvatun identtisen iskusekoittajan 5 kautta kaustisointiin.

Se laskettiin sekoittajasta suoraan reaktorisäiliöön 4, jossa PCC:n kypsyminen tapahtui. Noin 5 - 10 min kuluttua voimakas nukleaation alkoi ja lietteen viskositeetti nousi lähelle 1000 cP arvoa. 10 min ajan kuluttua tästä viskositeetti uudelleen laski noin 200 cP arvoon. 5 min tästä tapahtumasta liete pumpattiin katkaisusekoittajaan 6, josta se ajettiin kerran lävitse ja heti tämän jälkeen suodatettiin. Valmis kirkas NaOH-liuos sisälsi PCC-partikkeleita 2 mg/litra, jotka erottuivat noin 1 vrk kuluessa ja kirkastivat lopun liuoksen 0,5 m syvyydeltä.

Suodattimessa 7 kakku syrjäytettiin vedellä ja pestiin hiilidioksidipitoisella vedellä jolloin loppuneutralointi saatiin aikaan. Tämän jälkeen on edullista pumpata pieni määrä fosforihappoa joko suodattimeen 7 tai/ja sitä seuraavaan liettosekoittimeen 8. Viitenumerolla 9 on merkitty lämmönvaihdin ja viitenumerolla 10 pumppausastia, johon esisuodos on palautettavissa.

Jos PCC-partikkelit neutraloidaan fosforihapolla käyttämättä mitään kelaatinmuodostajaa tai vastaavaa, muodostuu partikkelin pintaa neulamaisia kalsiumfosfaattikiteitä, jotka muistuttavat ulkonäöltään merimiinan sytytinsakaroita. Tästä syystä esimerkiksi US-patenttijulkaisussa 5.043.017 on ehdotettu fosforihapon lisäämistä yhdessä kompleksoivan aineen kanssa PCC:n muodostukseen. Viitejulkaisussa ei kuitenkaan ole mitään mainintaa siitä, mihin tällä toimenpiteellä pyritään. Kuten yllä on todettu, monet epäpuhtaudet riistävät kiteen muodostukselta sen oikean muodon ja niin tässäkin tapahtuu. Tämän olemme kokeellisesti todenneet. Esillä olevan keksinnön mukaan on kuitenkin yllättäen havaittu, että jos fosforihappo lisätään sopivasti ennen lopullista liettoa ja jos fosforihapon ja PCC-partikkelin pinnan välinen reaktio alkaa ja jatkuu olennaisesti liettoon käytetyssä tehosekoittajassa, niin ei synny neulamaisia kalsiumfosfaattikiteitä, vaan pinta peittyy ohuella fosfaattikuorella. Näin menetellen hankalia ja kalliita apukemikaaleja ei tarvita ollenkaan.

Saadut partikkelit olivat kooltaan 0,1 mikronia keksimäärin ja pidemällä seisonta-ajalla 0,2 mikronia, sekä erittäin paljon pidemmällä seisonta-ajalla 0,4 mikronia. Kun lietteen annettiin seistä noin 40 min ennen katkaisua, saatiin aikaan pyöreiden kiteiden sijasta pitkänomaisia kiteitä, mitoiltaan 0,2 x 0,8 mikronia.

Saatu lipeäliuos sisälsi soodaa ja lipeätä seuraavasti:

	NaOH	Na ₂ CO ₃	g/litra
2 l näyte	92,8	20,5	
"	95,6	18,9	
"	95,0	17,3	Suodatus
"	92,8	18,9	

	"	90,0	16,5		
	"	78,4	16,2	Syrjäytys	
	"	16,8	3,8		
	"	8,4	2,7		
5	"	5,6	2,7	Pesu	H ₂ O + CO ₂
	"	0	2,7		

Tässä keksinnössä ja sen mukaisesti toteutettavassa prosessissa ja laitteistossa on kehitetty eteenpäin yksityiskohtaisia toimivia ratkaisuja, joille on tunnusmerkillistä yleinen periaate, joka tässä määritellään prosessoinnin homogeenisuus periaatteeksi. Tällä tarkoitamme, että sekoitukset ovat sellaisia, joissa sekoituksen intensiteettijakautuma on mahdollisimman kapea ja ns. kypsytystankit ovat täysin sekoittamattomia, jolloin niissäkään ei esiinny aineensiirto-olosuhteissa hajontaa, vaan vain lämpötilasta riippuva diffuusio kontrolloi tasaisesti kaikkien kiteiden kasvua yhtäaikaaisesti.

15

Aiemmasta käy jo ilmi prosessin ohjauksen kannalta uusi ja olennainen seikka. Tietyissä kohtaa kuviota 2, on piirretty tihennetty vyöhyke kaustisoinnin kypsytyssäiliön 4 sisään. Tämä vyöhyke kuvaa sitä kohtaa, jossa PCC-geelin muodostus eli nukleatio alkaa. Tällöin, kuten edellä todettiin, viskositeetti nopeasti nousi pudotakseen jälleen huomattavasti alempaan arvoon. Tämä aika-ero, jonka kypsyvät kiteet ovat sanotussa säiliössä, kun viskositeetti laskee ja kun massa joutuu katkaisusekoittimeen 6 on prosessin olennainen säätö- ja ohjausalue.

20

Keksintömme mukaisesti voimme säätää hallitusti saatavaa kidekokoa tässä homogeenisessa prosessissa säätämällä, joko ylijuoksen korkeutta, säiliön mittasuhteita tai mitä tahansa prosessiteknistä parametria niin, että halutun ajan jälkeen geelin viskositeetin alenemisesta kypsyvä PCC-massa saatetaan kiteytyksen katkaisusekoitukseen.

25

Tällä ajalla voidaan tarkkaan säätää kiteiden loppukokoa ja tietyissä määrin kiteiden muotoakin, kun niiden annetaan kasvaa riittävän isoon kokoon, jolloin kiteiden muoto alkaa muuttua hitaasti neulamaiseksi tässä menetelmässä normaalisti saatujen pyöreiden kiteiden sijasta.

30

Esimerkki kidekoon säädöstä: Dimensiot mikrometrejä.

Aika geelin viskositeetin laskemisen jälkeen:

- 5 19 min < 0,1, 22,5 min 0,2, 24 min 0,2 x 0,4, 29 min 0,4 x 1

Yksi mitta ilmoittaa, että kiteet ovat pyöreitä ja A x B mitta, että kiteet ovat kasvaneet neulamaisiksi.

- 10 Esimerkissä olevat ajat ovat suuntaa antavia, koska tarkkaan ne riippuvat lämpötilasta, ja erityisesti kalkin rektiivisuudesta. Ilmoitettu kalkin raekoko 80 % < 3 mikronia, olennaisesti vähentää eri kalkkilaatujen reaktiivisuuden vaikutusta kiteiden kasvuaikaan.

- 15 Edellistä esimerkkiä tutkittaessa huomataan, että kun annettiin riittävästi kiteiden kasvaa, alkoi myös muotokerroin muuttua pois pyöreästä muodosta. Keksinnön mukaan voidaan kiteitä kasvattaa pyöreiksi päästämällä kidemassa katkaisusekoituksen läpi ja antamalla kiteiden hitaasti kasvaa sen jälkeen. Näin voidaan menetellä useita kertoja.



Patenttivaatimukset:

1. Menetelmä kaustisoimalla tuotettavan saostetun kalsiumkarbonaatin valmistamiseksi, joka menetelmä koostuu homogeenisistä prosessiaskelista ja suodatuksesta, jotka homogeeniset prosessi-askeleet ovat:

5

- kalkin sammutus iskusekoittajassa: 80 % < 3 mikronia
- sammutetun kalkin ja soodan kontakti samanlaisessa iskusekoittajassa,
- reaktioseoksen kypsytytys sekoittamattomassa tilassa,
- kiteiden kasvun katkaisu iskusekoittajassa tai vastaavassa homogeenisen viipymä-
- ajan ja iskuenergian antavassa laitteessa, ja
- kiteiden ja muodostuneen lipeän erotus suodattamalla,

10

t u n n e t t u siitä, että

- kiteiden kasvu katkaistaan homogeenisellä iskusekoituksella, kun seisovan ja kypsyvän massan geelimuodostuksen jälkeinen viskositeetti on laskenut ja tämän jälkeisellä ajalla säädetään kidekokoa.

15

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että sekoittajina käytetään moniportaista iskusekoittajaa, jossa pyörii sisäkkäisillä kehillä eri suuntaan kaksi moniportaista sekoitineliötä, jotka iskevät ja leikkaavat prosessoitavaa materiaalia, niin että kaikki läpimenevä materiaali saa saman isku- ja leikkausenergian suurella todennäköisyydellä.

20

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kasvavien kiteiden kypsytytys tapahtuu säiliössä, jossa niitä ei sekoiteta.

25

4. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kiteiden kasvu pysäytetään edellä mainitulla iskusekoittajalla.

30

5. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään iskusekoittajaa, joka toimii kehänopeuseroilla 40 - 200 m/s.

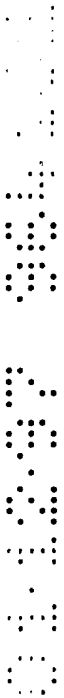
6. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään

kalkin sammutussäiliötä ja kaustisointisäiliötä, jotka kumpikin on varustettu ainakin yläosastaan jäähdytysvaipalla sisäpuolisen kondenssiveden puhdistavan valumisen aikaansaamiseksi.

- 5 7. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ainakin laitteiston staattiset sisäosat on käsitelty tai pinnotettu materiaalilla, jota vesi ja/tai öljy huonosti kostuttavat, kuten fluoratulla polymeerilla, polyeteenillä, polypropeenilla ja silikonipohjaisella polymeerilla.
- 10 8. Jonkin patenttivaatimuksen 1 - 7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään prosessilaitteita, jotka on yhdistetty mahdollisimman vähillä putkilla toisiinsa ja että olevissa putkissa käytetään virtausnopeutta yli 2.5 m/s likaantumisen ja saostumisen estämiseksi.
- 15 9. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kypsytettävä massa ajetaan katkaisusekoituksen läpi useaan eri kertaan ja välillä annetaan kiteiden kasvaa, jolloin saadaan suurempia, lähes pyöreitä kiteitä.
- 20 10. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että saostettu kalsiumkarbonaatti stabiloidaan fosfaateilla ja/tai fosforihapolla kestämään hapan- ta ympäristöä siten, että edullisesti iskusekoittajalla suoritettavaan valmiin suodatetun tuotteen liettoon lisätään tarpeellinen määrä fosforihappoa ja/tai fosfaatteja.
- 25 11. Laitteisto saostetun kalsiumkarbonaatin valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että siihen sisältyy kalkin sammutusyksikkö, reaktio- ja kypsytysyksikkö sekä suodatus-, hiilidioksidi-käsittely- ja liettoyksikkö, jolloin laitteisto käsittää
- kalkinsammutussekoittajan (1), joka on nopeakäyntinen tappimylly tai desinte- graattorisekoitin, jossa kehänopeudet ovat jopa 200 m/s;
 - sammutussäiliön (2), jota ei sekoiteta, jossa kalkki sammuu loppuun suhteellisen lyhyessä ajassa,
 - sekoittajan (5), jossa sammutetun kalkin ja soodaliuoksen kontakti tapahtuu,
 - kypsytysastian (4), jota ei sekoiteta
- 30

- kiteiden kasvun katkaisevan tehosekoittajan (6) ja
- suodatusyksikön (7).

5 12. Patenttivaatimuksen 11 mukainen laitteisto, t u n n e t t u siitä, että siinä on pump-
pausastia (10), johon esisuodos on palautettavissa.



Patentkrav:

1. Förfarande för framställning av utfällt kalciumkarbonat producerat genom kausticering, vilket förfarande består av homogena processteg och filtrering, vilka homogena processteg utgörs av:

5

- släckning av kalken i en slagblandare: $80 \% < 3$ mikrometer
- kontakt mellan den släckta kalken och soda i en likadan slagblandare,
- mogning av reaktionsblandningen i oblandat tillstånd,
- avbrytning av kristallernas tillväxt i slagblandaren eller i en motsvarande anordning,
- 10 som ger en homogen uppehållstid och en slagenergi, och
- separering av kristallerna och den bildade luten genom filtrering,

k ä n n e t e c k n a t av att

- kristallernas tillväxt avbryts medelst en homogen slagblandning, när den stående och mognande massans viskositet efter gelbildningen har minskat, och kristallstorleken regleras under tiden därefter.

15

2. Förfarande enligt krav 1, k ä n n e t e c k n a t av att man som blandare använder en flerstegsslagblandare, i vilken två flerstegsblandningsdon på de inre periferierna roterar i olika riktningar, vilka don slår och skär det för bearbetning avsedda materialet på så sätt, att hela det genomlöpande materialet med stor sannolikhet får samma slag- och skärenergi.

20

3. Förfarande enligt krav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t av att mogningen av de växande kristallerna sker i en behållare, i vilken de inte blandas.

25

4. Förfarande enligt något av kraven 1 - 3, k ä n n e t e c k n a t av att tillväxten av kristallerna stoppas medelst den ovannämnda slagblandaren.

5. Förfarande enligt något av kraven 1 - 4, k ä n n e t e c k n a t av att man använder en slagblandare, som fungerar med periferihastighetsskillnader av 40 - 200 m/s.

30

6. Förfarande enligt något av kraven 1 - 5, k ä n n e t e c k n a t av att man använder en släckningsbehållare och en kausticeringsbehållare för kalken, vilka var och en åtminstone

på sin övre del är försedd med en kylningsmantel för åstadkommande av en renande avrinning av inre kondensvatten.

5 7. Förfarande enligt något av kraven 1 - 6, k ä n n e t e c k n a t av att åtminstone anordningens statiska inre delar är behandlade eller belagda med ett material, som vatten och/eller olja fuktar dåligt, såsom fluoridiserad polymer, polyeten, polypropen eller silikonbaserad polymer.

10 8. Förfarande enligt något av kraven 1 - 7, k ä n n e t e c k n a t av att man använder processanordningar, som är förenade med varandra medelst så få rör som möjligt och att i rören används en flödes hastighet på över 2,5 m/s för förhindrande av förorening och utfällning.

15 9. Förfarande enligt något av de föregående kraven, k ä n n e t e c k n a t av att den för mogning avsedda massan körs genom avbrytningsblandningen ett flertal olika gånger och däremellan tillåts kristallerna att växa, varvid man erhåller större, nästan sfäriska kristaller.

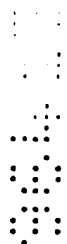
20 10. Förfarande enligt något av de föregående kraven, k ä n n e t e c k n a t av att det utfällda kalciumkarbonatet stabiliseras med fosfater och/eller fosforsyra så att det tål den sura miljön på så sätt, att i den företrädesvis medelst en slagblandare utförda uppslamningen av den färdigt filtrerade produkten tillsätts en behövlig mängd fosforsyra och/eller fosfater.

25 11. Anordning för framställning av utfällt kalciumkarbonat, k ä n n e t e c k n a d av att den inbegriper en släckningsenhet för kalken, en reaktions- och mogningsenhet samt ett filtrerings-, koldioxidbearbetnings- och uppslamningsenhet, varvid anordningen omfattar

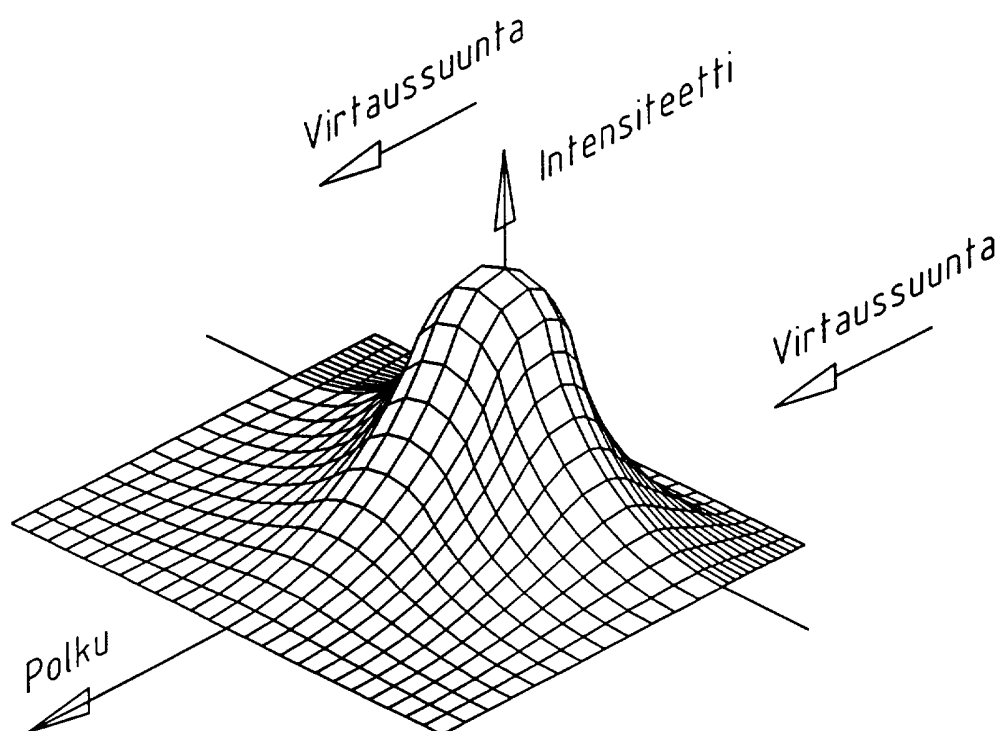
- en kalksläckningsblandare, som utgörs av en snabbtgående tappkvarn eller en desintegrationsblandare med periferihastigheter av upp till 200 m/s;
- en släckningsbehållare, som ej blandas, i vilken kalken slocknar ut under relativt kort tid,
- 30 – en blandare, i vilken kontakt mellan den slocknade kalken och sodalösningen sker,

- ett mogningskärl, som ej blandas,
- en effektblandare, som avbryter kristallernas tillväxt, och
- en filtreringsenhet.

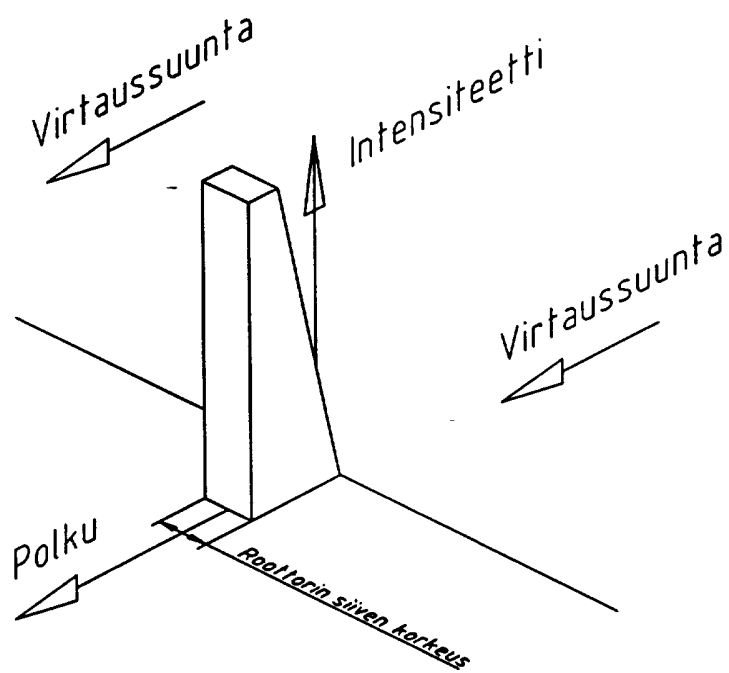
5 12. Anordning enligt krav 11, k ä n n e t e c k n a t av att den omfattar ett pumpkärl, till vilket förfiltratet kan återföras.



Normaali säiliösekoitus



NAPC-sekoitus



KUVIO 1

