

ÖZET**Mineral malzemelerin yüksek katı süspansiyonlarını üretmeye yönelik işlem**

Mevcut buluş, yüksek katı maddeli minerallerin süspansiyonlarını üretmek, bu işlemle elde edilen mineral malzemelerin yüksek katıya sahip sulu süspansiyonunun yanı sıra bu tür süspansiyonların kullanılmasıyla ilgilidir.

İSTEMLER

- 1) Aşağıdaki adımları içeren yüksek katı madde mineral maddelerin sulu süspansiyonlarını üretmek için bir işlem olup;
 - a) En az bir mineral malzeme sağlamak
 - 5 b) a) adımının en az bir mineral maddesini içeren sulu süspansiyonun hazırlanması
 - c) b) adımındaki sulu süspansiyonun mineral maddesinin öğütülmesi,
 - d) c) adımındaki öğütülmüş mineral malzemenin sulu süspansiyonunun flaş soğutması ile konsantre edilmesi
- 10 **şu şekilde karakterize edilmektedir**
 - b) adımının sulu süspansiyonuna en az bir dağıtma maddesi ilave edilmekte olup, burada en az bir dağıtma maddesi c) öğütme adımında önce veya c) öğütme adımı öncesinde ve sırasında veya c) öğütme adımı öncesinde ve sırasında tamamıyla ilave edilir, burada burada akrilik, metakrilik asitler veya 15 maleik asit gibi polikarboksilik asitlerin homopolimerleri veya kopolimerleri ve veya örneğin sodyum, lityum, potasyum, amonyum, kalsiyum, magnezyum, stronsiyum ve /veya alüminyum veya bunların karışımları ile kısmen veya tamamen nötrleştirilmiş asit tuzları gibi bunların tuzları, tercihen sodyum, kalsiyum ve magnezyum veya metilmetakrilat gibi akrilamid veya akrilik esterler 20 gibi akrilik asit, meakrilik asit, maleikasitk, fumaraki asit, itakonikasite dayalı esterlere benzer bu asitlerin türevleri veya bunların karışımları alkali polifosfatlar veya bunların karışımlarını içeren gruptan bağımsız olarak en az bir dağıtıcı madde seçilir ve burada
 - sulu süspansiyon, d) adımından önce, süspansiyonun toplam ağırlığına göre 25 ağırlıkça % 70 ila 80 wt. arasında bir katı içeriğine sahiptir ve burada
 - d) adımında, sulu süspansiyon 200 ila 500 mbar'lık bir basınca maruz bırakılır ve burada

- d) adımından sonra elde edilen sulu süspansiyonun nihai katı içeriği ağırlıkça % 80 ila 85 wt.'dir.

2) İstem 1'e göre bir işlem olup

5 mermer, tebeşir, kireç taşı gibi doğal kalsiyum karbonat (GCC); aragonitik PCC, vateritik PCC ve/veya kalsit PCC, özellikle prizmatik, rhombohedral veya skalenohedral PCC gibi çöktürülmüş kalsiyum karbonat (PCC); yüzey modifiye kalsiyum karbonat; dolomit; talk; bentonit; toprak; manyezit; saten beyazı; sepiyolit, avit, diatomit; silikatlar ve bunların karışımlarını içeren gruptan en az bir mineral malzeme seçilmesi **ile karakterize edilmektedir.**

10 3) İstem 1 veya 2'den herhangi birine göre işlem olup a) adımında en az bir mineral malzeme partikülünün ağırlıkça % 40 ila 85 wt., tercihen ağırlıkça % 45 ila 80 wt., daha tercihen ağırlıkça % 50 ila 75 wt., en çok tercih edilen haliyle ağırlıkça % 60 ila % 70 wt., örneğin ağırlıkça % 65 wt. olacak şekilde, < 10 µm eşdeğer küresel çapa sahip olması **ile karakterize edilmektedir.**

15 4) İstem 1 ila 3'ten herhangi birine göre işlem olup sulu süspansiyon, d) adımından önce, süspansiyonun toplam ağırlığına göre ağırlıkça % 72 ila 79 wt., tercihen ağırlıkça % 74 ila 78 wt., daha tercihen ağırlıkça % 76 ila 78 wt. katı içeriğine sahip olması **ile karakterize edilmektedir.**

20 5) Önceki istemlerden herhangi birine göre işlem olup c) öğütme adımından önce veya c) adımından önce ve sırasında veya c) öğütme adımından önce, sırasında ve/veya sonrasında ilave edilen en az bir dağıtıcı maddenin toplam miktarı, mineral malzemenin kuru ağırlığına bağlı olarak ağırlıkça yaklaşık % 0.01 ila % 1.25 wt., tercihen ağırlıkça % 0.05 ila % 1 wt., daha tercihen ağırlıkça % 0.1 ila % 0.7 wt., en çok tercih edilen haliyle % 0.3 ila 0.5 wt. arasında değişmesi **ile karakterize edilmektedir.**

25

6) Önceki istemlerden herhangi birine göre işlem olup en az bir dağıtma maddesinin molekül ağırlığı Mw, 1000 ila 15000 g/mol aralığında, tercihen 3000 ila 7000 g/mol aralığında, örn. 3500 g/mol, en çok tercih edilen haliyle 4000 ila 6000 g/mol arasında, örn. 5500 g / mol değişmekte olması **ile karakterize edilmektedir.**

- 7) Önceki istemlerden herhangi birine göre işlem olup c) adımından önce, sırasında veya sonrasında, ancak d) adımından önce, b) adımının sulu süspansiyonuna en az bir toprak alkali oksit ve/veya hidroksit, tercihen kireç ve / veya yanmış dolomit ilave edilmesi **ile karakterize edilmektedir.**
- 5 8) İstem 7'ye göre bir işlem olup toprak alkali oksit ve / veya hidroksit, mineral malzemenin kuru ağırlığına dayalı olarak, ağırlıkça % 0.001 ila 0.1 wt., tercihen ağırlıkça % 0.005 ila yaklaşık % 0.07 wt., daha tercihen ağırlıkça % 0.007 ila 0.05 wt., en çok tercih edilen haliyle ağırlıkça % 0.01 ila yaklaşık % 0.03 wt., örn. ağırlıkça % 0.02 wt. arasında değişmesi **ile karakterize edilmektedir.**
- 10 9) Önceki istemlerden herhangi birine göre bir işlem olup c) adımı, birkaç kez gerçekleştirilmesi **ile karakterize edilmektedir.**
- 10) Önceki istemlerden herhangi birine göre bir işlem olup ağırlıkça % 20 ila % 70 wt., tercihen ağırlıkça % 36 ila % 68 wt., daha tercihen ağırlıkça % 40 ila % 60 wt., örneğin, en az bir mineral madde partikülünün ağırlıkça % 50 wt.'si, c) adımından sonra < 2 µm'lik bir parçacık boyutuna sahip olması **ile karakterize edilmektedir.**
- 15 11) Önceki istemlerden herhangi birine göre bir işlem olup ağırlıkça % 10 ila 90 wt., tercihen ağırlıkça % 20 ila 80 wt., daha tercihen ağırlıkça % 36 ila 75 wt., özellikle ağırlıkça % 40 ila % 70 wt., en çok tercih edilen haliyle ağırlıkça % 50 ila % 65 wt., örneğin en az birinin % 55 wt.'si mineral malzeme parçacıkları c) adımından sonra < 1 µm'lik bir parçacık boyutuna sahip olması **ile karakterize edilmektedir.**
- 20 12) Önceki istemlerden herhangi birine göre bir işlem olup öğütme adımı c)'den sonra, öğütülmüş mineral malzemenin sulu süspansiyonu, örneğin, tarama, filtreleme veya santrifüjleme yoluyla ayrı bir adıma tabi tutulması **ile karakterize edilmektedir.**
- 13) Önceki istemlerden herhangi birine göre bir işlem olup d) adımında, suyun, sulu süspansiyondan buharlaşmasını sağlayan ısı sağlandığı, ısı, önceki öğütme adımı c) tarafından üretilmesi veya harici olarak sağlanması **ile karakterize edilmektedir.**
- 25 14) İstem 13'e göre bir işlem olup flaş soğutucunun girişindeki sulu süspansiyonun sıcaklığı 70 ila 105° C örn. 95° C, arasında değişmekte olması ve flaş soğutucunun

çıkışında 60 ila 30° C'den az, örneğin 35° C arasında olması **ile karakterize edilmektedir.**

- 15) Önceki istemlerden herhangi birine göre bir işlem olup d) adımında, sulu süspansiyon düşük basınçta, tercihen 250 ila 400 mbar arasında, daha tercihen 288 ila 360 mbar arasında, örneğin 300 ila 350 mbar arasında bir basınca maruz bırakılması **ile karakterize edilmektedir.**
- 16) Önceki istemlerden herhangi birine göre bir işlem olup d) adımından sonra elde edilen sulu süspansiyonun nihai katı içeriği ağırlıkça % 82 ila % 84 wt., örneğin ağırlıkça % 83 wt. olması **ile karakterize edilmektedir.**
- 17) Önceki istemlerden herhangi birine göre bir işlem olup d) adımından sonra sulu süspansiyonun nihai katı içeriği, b) adımında elde edilen sulu süspansiyonun başlangıç katı içeriğinden ağırlıkça en az % 1 wt., tercihen ağırlıkça en az % 2 wt., daha tercihen ağırlıkça en az % 3 wt. daha yüksektir.
- 18) Önceki istemlerden herhangi birine göre bir işlem olup d) adımından sonraki son sulu süspansiyonun 100 rpm'de 1 dakika karıştırıldıktan sonra 23°C'de ölçülen Brookfield viskozitesi 50 ila 1000 mPa s, tercihen 100 ila 750 mPa.s, daha tercihen 150 ila 600 mPa.s, en çok tercihen 200 ila 460 mPa.s, örneğin 300 mPa.s arasında olması **ile karakterize edilmektedir.**

TARİFNAME**Mineral malzemelerin yüksek katı süspansiyonlarını üretmeye yönelik işlem****Açıklama**

5 Mevcut buluş, yüksek katı maddeli minerallerin süspansiyonlarını üretmek, bu işlemle elde edilen mineral malzemelerin yüksek katıya sahip sulu süspansiyonunun yanı sıra bu tür süspansiyonların kullanılmasıyla ilgilidir.

Kâğıt, karton veya benzer ürünlerin üretim yönteminde, teknikte uzman bir kişi, opaklık ve/veya parlaklık gibi özellikleri geliştirirken kâğıt maliyetini azaltmak için, pahalı selüloz liflerinin bir kısmını daha ucuz mineral madde ile değiştirmeye daha fazla eğilimlidir.

10 Bu tür iyi bilinen mineral malzemeler, örneğin doğal kalsiyum karbonat, sentetik kalsiyum karbonat ve dolomit veya karışık karbonat bazlı dolgu maddeleri gibi kalsiyum karbonatlar içeren çeşitli benzer dolgu maddeleri; talk veya benzerleri gibi çeşitli maddeler; mika, kil, titanyum dioksit vb içerir.

15 Uygulanabilirlik, nakliye, depolama ve kurutma maliyeti nedeniyle, yüksek katı madde süspansiyonları formunda mineral malzemenin üretilmesi özellikle yararlıdır, yani, sadece çok az miktarda su içeren, ancak genellikle yüksek miktarda dağıtıcı madde veya öğütme yardımcıları eklenerek mümkündür.

20 Örneğin, EP 2 143 688 A1, sulu bir kalsiyum karbonat süspansiyonunun üretimi için bir işleme ilişkindir burada kalsiyum önceden öğütülmüştür, önceden öğütülen kalsiyum karbonat, kalsiyum karbonatın % 10 ile % 80 arasında değişen kalsiyum karbonat içeriğine sahip sulu süspansiyon elde etmek için su içinde süspanse edilir, süspansiyon, dağıtıcı madde varlığında öğütülür ve elde edilen sulu süspansiyon isteğe bağlı olarak konsantre edilir, burada maksimum konsantrasyon ağırlıkça % 80'den azdır ve enerji nedenlerinden kaçınmak için suyun buharlaşmasından bahsedilmektedir.

25 EP 0 108 842 A1 sayılı belgeye göre, genellikle % 74 ila 80 arasında değişen bir mikta, ağırlıkça % 72 üzerinde nihai katı madde muhteva sağlayan dağıtıcı madde içeren su

içindeki kalsiyum karbonat mineralinin öğütülmesiyle üretilen kalsiyum karbonat süspansiyonu açıklanmaktadır.

Ayrıca teknikte tecrübeli kişi, mermer sulu süspansiyonla ilgili WO 97/10309 A1'i ve dispersiyon ajanlarının daha yeterli adsorpsiyonuna izin veren yüzey modifikasyonu
5 nedeniyle % 82'ye varan katı içeriğe sahip olan kalsiyum karbonat süspansiyonundan bahseden EP 2 194 103 A1'i bilir.

EP 1 160 201 A2'de flaş soğutmanın tekniği belirtilmiştir. Çok yüksek katı içerikli bulamaçları levha ve çerçeve tipi ısı değiştiriciden sıkıştırmak zor olduğundan bununla birlikte, PCC ürün bulamacında katı madde içeriği oluşturacak kadar uzun süre boyunca
10 sistemin ağırlıkça % 76 wt.'sinden daha fazla çalıştırılmasının sorun yaratabileceğini belirtmiştir.

Bu nedenle, uzun bir süre boyunca, istenen arıtma ve düşük viskozite kriterlerini karşılayan sulu mineral süspansiyonları sağlamak üzere kısmen veya tamamen nötrleştirilmiş poliakrilik asitlere veya bunların türevlerine dayanan (EP O 046 573, EP O
15 100 947, EP O 100 948, EP O 129 329, EP O 261 039, EP O 516 656, EP O 542 643, EP O 542). 644, EP O 717 051) dağıtıcı maddeler olarak, suda çözünebilir polimerler olarak ıslak öğütme işleminde yaygın olarak kullanılmıştır. Bununla birlikte, sadece ekonomik görünümünden değil, aynı zamanda son kullanıcı tarafından kağıt uygulamasında ihtiyaç duyulan yayılan görünür ışığın elde edilebilme kabiliyetine göre dezavantajlı olan bu
20 dağıtıcı maddeler yüksek miktarda kullanılmalıdır.

Sonuç olarak, önceki teknikte yüksek katı madde süspansiyonları mineral malzemeleri sağlamak için çeşitli yaklaşımlar vardır, burada yukarıdaki dispersiyon maddelerin miktarı azalır ve bahsedilen dezavantajlar önlenir veya azaltılır.

Örneğin, WO 02/49766, EP O 850 685, WO 2008/010055, WO 2007/072168 zamanla
25 sabit kalan düşük Brookfield™ viskozitesine sahipken yüksek kuru madde konsantrasyonuna sahip rafine edilmiş mineral materyalin sulu süspansiyonlarının üretilmesine yönelik prosesleri açıklar. Bu bağlamda, belirli bir nötrleştirme oranına sahip, maleik asitli akrilik asit kopolimerleri gibi spesifik dispersiyonların kullanımı, veya dağıtma maddesi veya öğütme yardımcısı kullanılmadan düşük katı bir içerikte ıslak

öğütme adımını takiben mekanik ve/veya termal konsantrasyon adımından çıkan mineral partiküllerinin sulu süspansiyonlarına konulacak inorganik flor bileşiklerinin kullanımı ele alınmıştır

5 Ayrıca, yayınlanmamış Avrupa patent başvurusu No. 08 172 465, kâğıdın optik özellikleri gibi nihai ürünlerin özelliklerini azaltmadan, dağıtıcı ve/veya öğütücü yardımcı madde ihtiyacını en aza indirirken gerekli özelliklere sahip sulu mineral malzeme süspansiyonlarının elde edilmesi için öğütme ve/veya dağıtma kapasitesi arttırıcı olarak görev yapan lityum-nötrleştirilmiş suda çözünebilir organik polimerlerin kullanımını açıklar.

10 Parçacıkların ağırlıkça en az % 90'ının 2 µm'den küçük eşdeğer küresel çapa sahip olacak şekilde bir parçacık büyüklüğü dağılımına sahip bir ürün elde etmek için süspansiyonu, parçacık halinde öğütme ortamı ile aşındırma öğütme işlemine tabi tutarak ve süspansiyon içindeki kuru alkali toprak metal bileşiğinin ağırlıkça yüzdesi ağırlıkça % 40
15 ila 70 wt. arasında bir başlangıç katı konsantrasyonunda ağırlıkça en az % 70'e çıkıncaya kadar, süspansiyonda bulunan ısının etkisi altında suyun süspansiyondan buharlaşmasına izin vererek ıslak halde alkali toprak metal pigmentlerinde, özellikle, münhasıran olmamakla birlikte, partikül alkali toprak metal bileşiğinin sulu süspansiyonunu hazırlayarak kalsiyum karbonat pigmentlerinin ufalanması işlemiyle ilgili EP 0 614 948'de veya EP 0 857 763'te başka bir yaklaşımdan bahsedilmektedir. Örneklerden, ağırlıkça %
20 70 wt.'nin üzerinde bir başlangıç katı içeriğine sahip olan bir süspansiyonun kullanımının, ağırlıkça % 0.7 wt. oranında kullanılarak talep edilen işlem için uygun olmadığı anlaşılabılır. Böylece, EP 0 614 948, yüksek katı madde içeriğinde mineral malzemenin öğütülmesi işleminin, bu işlemin sadece ağırlıkça % 70 wt.'den fazla olmayan bir başlangıç katı içeriğine sahip süspansiyon için uygun olduğunu açıkça belirten bir işlemi
25 tarif etmektedir.

Dolayısıyla, önceki teknikte bilinen işlemler hala nispeten yüksek miktarda dispersan kullanırlar veya sadece nispeten düşük katı içeriğe sahip mineral materyallerin süspansiyonları için uygundurlar ve dolayısıyla çok verimli değildirler.

Sonuç olarak, bu buluşun bir amacı, düşük miktarda dispersan içeren ve düşük Brookfield viskozitesine sahip olan yüksek katı madde sulu mineral süspansiyonlarının üretilmesi için bir işlemin sağlanmasıdır.

Aşağıdaki adımları içeren yüksek katı madde mineral madde(ler)in sulu süspansiyonlarının üretilmesine yönelik işlemle bu amaca ulaşılır:

- a) en az bir mineral madde sağlamak,
- b) a) adımının en az bir mineral maddesini içeren bir sulu süspansiyonun hazırlanması,
- c) b) adımındaki sulu süspansiyonun mineral maddesinin öğütülmesi,
- 10 d) c) adımındaki öğütülmüş mineral malzemenin sulu süspansiyonunun flaş soğutması ile konsantre edilmesi
- en az bir dağıtıcı madde, b) adımındaki sulu süspansiyona eklenir, burada en az bir dağıtıcı madde, öğütme adımı c)'den önce veya öğütme adımı c) süresince veya öncesinde azar azar veya öğütme adımı c) süresince veya sonrasında
- 15 tamamen ilave edilmesi karakterize edici özelliğidir, burada akrilik, metakrilik asitler veya maleik asit gibi polikarboksilik asitlerin homopolimerleri veya kopolimerleri ve veya örneğin sodyum, lityum, potasyum, amonyum, kalsiyum, magnezyum, stronsiyum ve /veya alüminyum veya bunların karışımları ile kısmen veya tamamen nötrleştirilmiş asit tuzları gibi bunların tuzları, tercihen
- 20 sodyum, kalsiyum ve magnezyum veya metil metakrilat gibi akrilamid veya akrilik esterler gibi akrilik asit, meakrilik asit, maleikasitk, fumarakiasit, itakonik asite dayalı esterlere benzer bu asitlerin türevleri veya bunların karışımları alkali polifosfatlar veya bunların karışımlarını içeren gruptan bağımsız olarak en az bir dağıtıcı madde seçilir ve burada
- 25 - sulu süspansiyon, d) adımından önce, süspansiyonun toplam ağırlığına göre ağırlıkça % 70 ila 80 wt. arasında bir katı içeriğine sahiptir, ve burada

- d) adımında, sulu süspansiyon 200 ila 500 mbar arasında bir basınca maruz bırakılır ve burada
- d) adımından sonra elde edilen sulu süspansiyonun nihai katı içeriği ağırlıkça % 80 ila 85 wt.'dir.

- 5 Bu buluşa uygun işlemde kullanım için uygun olan mineral malzemeler tercihen, mermer, tebeşir, kireç taşı gibi doğal kalsiyum karbonat (GCC); aragonitik PCC, vateritik PCC ve/veya kalsit PCC, özellikle prizmatik, rhombohedral veya skalenohedral PCC gibi çöktürülmüş kalsiyum karbonat (PCC); yüzey modifiye kalsiyum karbonat; dolomit; talk; bentonit; Toprak; manyezit; saten beyazı; sepiyolit, avit, diatomit; silikatlar ve bunların
- 10 karışımlarını içeren gruptan seçilirler.

- Ağırlıkça % 40 ila 85 wt., tercihen ağırlıkça % 45 ila 80 wt., daha tercihen ağırlıkça % 50 ila 75 wt., en çok tercihen edilen haliyle örneğin a) adımında sağlanan en az bir mineral malzeme partikülünün ağırlıkça % 65 wt.'si, ağırlıkça % 0.1 wt. $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ sulu bir çözelti içinde ABD'nin Micromeritics firmasından Sedigraph 5100 cihazı ile ölçülen, < 10 μm 'lik
- 15 eşdeğer bir küresel çapa sahip olması tercih edilir.

Mevcut buluşun işleminin b) adımına göre, a) adımında sağlanan mineral malzemeden bir sulu süspansiyon hazırlanır.

- Bu sulu süspansiyon, d) adımına tabi tutulmadan önce, süspansiyonun toplam ağırlığına göre ağırlıkça % 70 ila 80 wt., özellikle ağırlıkça % 72 ila 79 wt., daha tercihen ağırlıkça %
- 20 74 ila 78 wt. ve en çok tercih edilen haliyle ağırlıkça % 76 ila 78 wt. katı içeriğine sahiptir.

Daha sonra, mineral malzeme (ler) in sulu süspansiyonu, teknikte uzman kişilerin, mineral malzemeleri öğütmeye aşına oldukları bilinen öğütme ekipmanının herhangi birinde gerçekleştirilebilen bir öğütme adımına tabi tutulur.

- Özellikle, Dynomill firması tarafından dağıtılarda olduğu gibi geleneksel attritör
- 25 değirmenler, cam, porselen ve/veya özellikle tercihen metalden yapılan öğütücü bilyenin kullanılması uygundur, bununla birlikte, örneğin zirkonyum silikat, zirkonyum dioksit ve/veya 0,2 ila 5 mm, tercihen 0,2 ila 2 mm, fakat aynı zamanda 0,5 ila 5 mm, örneğin 1

ila 2 mm arasında bir çapa sahip baddeleit'ten yapılan öğütücü bilyeler kullanılır. 0,1 ila 2 mm eşdeğer küresel çapa sahip kuvars kumu da kullanılabilir.

Özel bir uygulamada, tercihen bir deflokülasyon maddesi olarak da görev yapan en az bir dağıtma maddesi, b) adımının sulu süspansiyonuna eklenir, burada en az bir dağıtma maddesi, c) öğütme adımından önce tamamıyla veya c) öğütme adımından önce ve sonra ve isteğe bağlı olarak ayrıca c) öğütme adımından önce ve sonra ve / veya öğütme adımından sonra ilave edilebilir.

b) adımında, b) adımında ve sonrasında ancak c) adımından önce, sulu süspansiyona eklenen bu gibi dispersiyon ajanlarının yararlı miktarları, mineral malzemenin kuru ağırlığına dayalı olarak ağırlıkça % 0.01 ila % 1.25 wt., tercihen ağırlıkça % 0.01 ila % 0.1 wt., daha tercihen ağırlıkça % 0.02 ila 0.07 wt., en çok tercihen ağırlıkça % 0.03 ila 0.05 wt. aralığındadır.

c) adımı sırasında ek olarak bu tür dağıtma maddelerinin tercih edilen ilave miktarları mineral malzemenin kuru ağırlığına bağlı olarak ağırlıkça % 0.05 ila 1 wt., daha tercihen ağırlıkça % 0.1 ila % 0.7 wt., daha da tercihen 0.15 ila 0.55 wt., örneğin ağırlıkça % 0.3 wt.'dir.

c) öğütme adımından önce eklenen en az bir dağıtma maddesinin toplam miktarı c) veya c) adımından önce ve c) adımı sırasında veya c) adımından önce, sırasında ve/veya sonrasında tercihen mineral malzemenin kuru ağırlığına göre ağırlıkça yaklaşık % 0,01 ila 1,25 wt., daha tercihen ağırlıkça % 0,05 ila 1 wt., daha da tercihen ağırlıkça % 0,1 ila 0,7 wt., en çok tercih edilen haliyle ağırlıkça % 0,3 ila 0,5 wt.'dir.

Bir başka tercih edilen uygulamada, dağıtıcı madde, c) adımından sonra toprak malzemesinin BET ile ölçülen spesifik yüzey alanına göre bir miktarda eklenir, c) öğütme adımından önce ilave edilirse, 0.15 mg/m²'nin altında, örn. 0,05 ila 0,08 mg/m² altında bir miktarda bulunur ve c) öğütme adımı sırasında ilave edilirse, 0.05 ila 1.5 mg/m² arasında bir miktarda, örn. 0.5 ila 0.8 mg/m², altında bir miktarda bulunur

Adım b) ve c)'ye göre kullanılabilen dağıtıcı maddeler, akrilik veya metakrilik asitler veya maleik asit gibi polikarboksilik asitlerin homopolimerlerini veya kopolimerlerini ve/veya sodyum, lityum, potasyum, amonyum, kalsiyum, magnezyum, stronsiyum ile kısmen

- veya tamamen nötrleştirilmiş asit tuzları gibi bunların tuzları ve / veya alüminyum veya bunların karışımları, tercihen sodyum, kalsiyum ve magnezyum veya örneğin akrilik asit, metakrilik asit, maleik asit, fumarik asit, itakonik asit, örn. metilmetakrilat gibi akrilik amit veya akrilik esterler veya bunların karışımları; alkali polifosfatlar veya bunların
- 5 karışımları içeren gruptan seçilenler olabilir.

Bu tür ürünlerin moleküler ağırlığı, tercihen 1000 ila 15000 g / mol, daha tercihen 3000 ila 7000 g / mol aralığında, örneğin 3500 g / mol en çok tercihen 4000 ila 6000 g / mol aralığında, örneğin 5500 g / mol aralığındadır.

- Tercih edilen bir uygulamada, c) adımında, öncesinde veya sonrasında, ancak d)
- 10 adımından önce, b) adımının sulu süspansiyonuna en az bir toprak alkali oksit ve / veya hidroksit, tercihen kireç ve/veya yanmış dolomit ilave edilir, buradaki bağlamda kireç, kalsiyum oksit ve kalsiyum hidroksit içerir.

- Mineral malzemenin kuru ağırlığına dayalı olarak öğütme sırasında ağırlıkça yaklaşık % 0.001 ila 0.1 wt., tercihen ağırlıkça % 0.005 ila 0.07 wt., daha tercihen ağırlıkça % 0.007
- 15 ila 0.05 wt., en çok tercihen ağırlıkça % 0.01 ila % 0.03 wt., örneğin ağırlıkça % 0.02 wt. miktarında sadece küçük miktarlarda toprak alkali oksit ve / veya hidroksit yeterlidir.

- c) öğütme adımı bir veya birkaç kez gerçekleştirilebilir. Örneğin, sulu süspansiyon bir öğütücüde kısmen öğütülebilir, kısmen öğütülmüş mineral malzemenin süspansiyonu daha sonra istenen parçacık boyutu elde edilene kadar daha fazla öğütmek için ikinci bir
- 20 öğütücüye beslenebilir. İstenen parçacık büyüklüğü, öğütücüde kalma süresini ayarlayarak bir adımda da elde edilebilir.

- Mineral malzemenin ağırlıkça % 20 ila % 70 wt.'si, tercihen ağırlıkça % 36 ila % 68 wt.'si, daha tercihen ağırlıkça % 40 ila % 60 wt.'si oranında öğütmesi mümkündür, örnek olarak en az bir mineral madde partikülünün ağırlıkça % 50 wt.'si c) adımından sonra < 2 µm'lik
- 25 bir parçacık boyutuna sahiptir.

Daha da çok tercih edilen bir uygulamada, mineral malzeme, ağırlıkça % 10 ila 90 wt., tercihen ağırlıkça % 20 ila 80 wt., daha tercihen ağırlıkça % 36 ila 75 wt., özellikle ağırlıkça % 40 ila 70 wt., en çok tercihen ağırlıkça % 50 ila 65 wt. olacak şekilde

öğütülebilir; örneğin en az bir mineral madde partikülünün ağırlıkça % 55 wt.'si c) adımından sonra < 1 µm'lik bir parçacık boyutuna sahiptir.

Ayrıca, öğütülmüş mineral malzemenin sulu süspansiyonu ayrıca, öğütme işleminden sonra bir ayırma basamağına da tabi tutulabilir burada daha ince bir fraksiyon, mineral malzemenin yukarıda belirtilen eşdeğer küresel çap aralıklarında arzu edildiği gibi daha kalın bir fraksiyondan ayrılır.

Ayırma; tarama, filtrasyon veya santrifüjleme gibi iyi bilinen teknikler vasıtasıyla gerçekleştirilebilir, burada çoğu uygulama için yaygın olarak bilinen ekipman kullanılarak santrifüj tercih edilir.

10 Bu bağlamda, ayrılmış kalın fraksiyonun, c) adımının bir veya birkaç öğütücüsünün herhangi birine yeniden dolaştırılması da mümkündür.

Daha sonra, d) adımında, öğütmenin sulu süspansiyonu ve isteğe bağlı olarak ayrılan mineral materyal, flaş soğutma ile konsantre edilir. Bu buluşun bağlamında flaş soğutması, süspansiyon içinde bulunan ısının etkisi altında suyun sulu süspansiyondan buharlaşmasına izin verilerek gerçekleştirilir.

Bu, öğütme işleminin doğrudan bir sonucu olarak süspansiyonda üretilen ısı ile gerçekleşebilir. Örneğin, öğütme adımı sırasında süspansiyonun sıcaklığı, süspansiyonun sulu fazının kaynama noktasına kadar yükselebilir ve suyun buharlaşması, süspansiyon içinde bulunan ısının etkisi altında doğal olarak meydana gelir. Bu bağlamda, öğütme ile üretilen sıcaklık, süspansiyonda bulunan suyun kaynama noktasının altında da olabilir. Süspansiyon sırasında süspansiyonda dağıtılan enerjinin bir sonucu olarak süspansiyonda yer alan ısı, süspansiyonda kuru alkali toprak metal bileşiğinin ağırlıkça yüzdesini, aşağıda belirtildiği gibi, ağırlıkça % 79 ila 85 wt. aralığında arttırmak için yeterli olabilir.

Alternatif olarak veya ek olarak, süspansiyon, 50°C ila süspansiyonun kaynama noktası arasında, tercihen 60 ila 90°C, daha tercihen 70 ila 85°C aralığında örneğin 81 ila 83°C arasında bir ısı eşanjörü gibi ısıtma aracıyla ısıtılabilir.

Örneğin, süspansiyon, diğer tarafın bir sıcak akışkandan geçirilmesiyle, tercihen 50 ila 100°C arasındaki bir sıcaklıkta temassız ısı değiştiricisinin bir tarafı boyunca süspansiyonu geçirerek süspansiyona verilebilir.

5 Temel olarak, bilinen flaşlı soğutucu sistemleri, içine süspansiyonun beslendiği bir (vakum) hazneden oluşur. Sıcaklığa ve vakuma bağlı olarak, süspansiyondaki su buharlaşacaktır. Buharlaşma, katı içeriğin artmasına neden olur. Soğutma aynı anda gerçekleşecektir.

10 Bu bakımdan öğütücünün girişindeki sulu süspansiyonun sıcaklığı 20 ila 80°C arasında tercihen 20 - 50°C arasında ve öğütücünün çıkışında tercihen 80 ila 105°C arasında olabilir.

Böylece, flaş soğutucunun girişindeki sulu süspansiyonun sıcaklığı 70 ila 105°C arasında, örneğin 95°C flaş soğutucunun çıkışında 60 ila 30°C'den daha az, örneğin 35°C olabilir.

15 Sulu süspansiyon düşük basınçta, yani 200 ila 500 mbar arasında, tercihen 250 ila 400 mbar arasında, daha tercihen 288 ila 360 mbar arasında bir basınçta, örneğin 300 ila 350 mbar arasında azaltılmış basınca maruz kalmaktadır.

d) adımından sonra elde edilen sulu süspansiyonun nihai katı içeriği tercihen ağırlıkça % 82 ila 84 wt. arasındadır, örneğin ağırlıkça % 83 wt.'dir.

20 b) adımının başlangıç katı içeriği ile ilgili olarak, bu nedenle, d) adımından sonra sulu süspansiyonun nihai katı içeriğinin, b) adımında elde edilen sulu süspansiyonun başlangıç katı içeriğinden ağırlıkça en az % 1 wt., tercihen ağırlıkça en az % 2 wt., daha tercihen ağırlıkça en az % 3 wt. daha yüksek olması tercih edilir.

25 Özellikle tercih edilen bir düzenlemede, ağırlıkça % 76 ila 78 wt.'lik sulu mineral malzeme süspansiyonunun başlangıç katı içeriği, bu buluşun işlemiyle ağırlıkça % 80 ila 81 wt.'ye yükseltip, burada mineral malzeme tercihen, mineral malzeme parçacıklarının ağırlıkça % 66 wt.'si eşdeğer bir küre çapı olan < 10 µm olacak şekilde ufalanacaktır, bu buluşun işlemine göre üretilen nihai mineral malzemenin ağırlıkça % 36 ila 65 wt.'si bir eşdeğer küresel çap < 2 µm ve tercihen < 1 µm'dir.

Ayrıca, özellikle tercih edilen bir uygulamada, d) adımından sonraki nihai sulu süspansiyonun Brookfield viskozitesi, oda sıcaklığında RVT modeli Brookfield™ viskozimetre kullanılarak 1 dakika karıştırıldıktan sonra 23°C'de ölçülmüştür ve uygun mil ile 100 rpm'lik bir dönme hızı 50 ila 1000 mPa·s, tercihen 100 ila 750 mPa·s, daha
5 tercihen 150 ila 600 mPa·s, en çok tercih edilen haliyle 200 ila 460 mPa·s, örneğin 300 mPa·s arasında değişmektedir.

Yukarıda tarif edildiği gibi işlemle elde edilen yüksek katı madde sulu mineral süspansiyonu kâğıt, kâğıt kaplama renkleri, boyalar ve plastiklerde kullanılabilir.

Aşağıdaki örnekler ve deneyler, mevcut buluşu açıklamaya hizmet eder ve herhangi bir
10 şekilde bunları kısıtlamaz.

ÖRNEKLER:

Örnek 1:

Süspansiyonun toplam ağırlığına dayalı olarak ağırlıkça % 76 wt. katı içeriğe erişilene kadar Mw sodyum poliakrilatın = 3500 g/mol kalsiyum karbonatın kuru ağırlığına
15 dayanarak, ağırlıkça % 66 wt.'si < 10 µm eşdeğer küresel çapa sahip, doğal öğütülmüş kalsiyum karbonat (Orgon, Fransa'dan kireç taşı), su içinde % 0.07 wt. oranında su ile süspanse edildi.

Kalsiyum karbonat partiküllerinin ağırlıkça % 62 wt.'si eşdeğer bir küre çapı < 2 µm ve ağırlıkça % 36 wt.'si < 1 µm olana kadar, kalsiyum karbonatın kuru ağırlığına göre
20 ağırlıkça % 0.15 wt. miktarında, yaklaşık 1 - 2 mm'lik orta çapa sahip 15 tonluk zirkon dioksit öğütme ortamının kullanılması, ilave dağıtıcı kullanılarak (Mw = 5500 g/mol poliakrilat, burada karboksilik grupların % 70 molü sodyum ve % 30 mol kalsiyumla nötrale edilir) elde edilen sulu süspansiyon, dikey silindirik 7 m³ hacimli ıslak değirmende öğütülür. BET ile ölçülen kuru kalsiyum karbonatın spesifik yüzey alanı 7.1
25 m²/g idi.

Daha sonra, öğütülmüş kalsiyum karbonat süspansiyonu, geleneksel sürekli santrifüjde 1200 rpm hızında sürekli olarak santrifüj edildi.

Ağırlıkça % 76 wt. katı içeriğine sahip santrifüj sulu süspansiyon, sürekli çalışan bir flaş soğutucusuna beslendi. Besleme hızı, çıkışta yaklaşık olarak % 80 wt. oranında bulamaç katılarına ulaşmak üzere ayarlandı ve aşağıdaki koşullarda konsantre edildi.

- Flaş soğutucu üstündeki basınç: 288 mbar

5 - Flaş soğutucu altındaki basınç: 350 mbar

- Flaş soğutucu girişindeki sıcaklık: 83°C

- Flaş soğutucu çıkışındaki sıcaklık: 39°C

Konsantrasyondan sonra nihai katı içeriği, ağırlığın % 80 wt.'si, ağırlıkça $\pm$ % 0,1 wt.'lik bir ağırlığa göre 110°C'de fırında 20 g süspansiyonu kurutularak belirlendi.

10 Nihai sulu süspansiyonun Brookfield viskozitesi, oda sıcaklığında RVT modeli Brookfield™ viskozimetre kullanılarak 1 dakika karıştırıldıktan sonra ölçüldü ve flaş soğutucunun çıkışındaki mil 3 ile 100 rpm'lik bir dönme hızı 150 mPa·s; 24 saat sonra 153 mPa·s, 3 gün sonra 162 mPa·s idi.

Örnek 2:

15 Süspansiyonun toplam ağırlığına dayalı olarak ağırlıkça % 78 wt. katı içeriğe erişilene kadar Mw sodyum poliakrilatın = 3500 g/mol kalsiyum karbonatın kuru ağırlığına dayanarak, ağırlıkça % 66 wt.'si < 10 μ m eşdeğer küresel çapa sahip, doğal öğütülmüş kalsiyum karbonat (Orgon, Fransa'dan kireç taşı), su içinde % 0.07 wt. oranında su ile süspanse edildi.

20 Yaklaşık 1 - 2 mm'lik orta çapa sahip 15 tonluk zirkon dioksit öğütme ortamının kullanarak, kalsiyum karbonatın kuru ağırlığına göre ağırlıkça % 0.15 wt. miktarında dağıtıcı kullanılarak (Mw = 5500 g/mol poliakrilat, burada karboksilik grupların % 70 molü sodyum ve % 30 mol kalsiyumla nötrale edilir) elde edilen sulu süspansiyon, dikey silindirik bir 7 m³ hacimli ıslak değirmende öğütüldü. Kalsiyum karbonat parçacıklarının

25 ağırlıkça % 65 wt.'sine eşdeğer < 1 μ m çapındaki küresel çapa sahip olana kadar, kalsiyum karbonatın kuru ağırlığına göre ağırlıkça % 0.55 wt. miktarında ve kireçli kalsiyum karbonatın kuru ağırlığına göre ağırlıkça % 0.02 wt. (ağırlıkça > % 97 wt.

5 oranında $\text{Ca}(\text{OH})_2$ miktarında, ilave dağıtıcı kullanılarak ($M_w = 5500$ g/mol poliakrilat, burada karboksilik grupların % 50 molü sodyum ve % 50 mol magnezyum ile nötralize edilir) daha sonra, dikey silindirik 7 m^3 hacimli bir ıslak değirmende ikinci bir öğütme geçişi gerçekleştirildi. BET ile ölçülen kuru kalsiyum karbonatın spesifik yüzey alanı $12.5 \text{ m}^2/\text{g}$ idi.

Daha sonra, öğütülmüş kalsiyum karbonat süspansiyonu, 1300 rpm'lik bir hızda geleneksel bir sürekli santrifüjde sürekli olarak santrifüj edildi.

10 Ağırlıkça % 78 wt. katı içeriğine sahip santrifüj sulu süspansiyon, sürekli çalışan bir flaş soğutucusuna beslendi. Besleme hızı, çıkışta yaklaşık olarak % 80 wt. oranında bulamaç katılarına ulaşmak üzere ayarlandı ve aşağıdaki koşullarda konsantre edildi.

- Flaş soğutucu üstündeki basınç: 300 mbar

- Flaş soğutucu altındaki basınç: 360 mbar

- Flaş soğutucu girişindeki sıcaklık: 81°C

- Flaş soğutucu çıkışındaki sıcaklık: 36°C

15 Konsantrasyondan sonra nihai katı içeriği, ağırlığın % 80 wt.'si, ağırlıkça $\pm 0,01$ wt.'lik bir ağırlığa göre 110°C 'de fırında 20 g süspansiyonu kurutularak belirlendi.

Nihai sulu süspansiyonun Brookfield viskozitesi, oda sıcaklığında RVT modeli Brookfield™ viskozimetre kullanılarak 1 dakika karıştırıldıktan sonra ölçüldü ve flaş soğutucunun çıkışındaki mil 3 ile 100 rpm'lik bir dönme hızı $460 \text{ mPa}\cdot\text{s}$; 6 gün sonra $575 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ idi.