

**ÖZET****Belirli bir diklik faktörü ile GCC ve PCC tipinde birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali üretme işlemi**

5 Bu buluşun amacı, GCC (öğütülmüş kalsiyum karbonat) ve PCC (çökeltilmiş kalsiyum karbonat) içeren bir kalsiyum karbonat materyali elde etmeye yönelik bir işlem sağlamaktır. Bu tür malzemeler, örneğin kâğıt endüstrisinin birçok alanında kullanım için uygundur.

**İSTEMLER**

- 1)  $d_{30}/d_{70} \times 100$  olarak tanımlanan en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 olan bir diklik faktörü sunan GCC ve PCC içeren birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin üretim işlemi olup aşağıdaki adımları içermesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 5
- (a) GCC'yi sulu bir süspansiyon halinde sağlanması,
- (b)  $d_{30}/d_{70} \times 100$  olarak tanımlanan diklik faktörü en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 olana kadar, isteğe bağlı olarak en az başka bir mineral malzemeye, GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi,
- 10
- (c) isteğe bağlı olarak (b) adımından sonra elde edilen birlikte-öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin elenmesi ve/veya konsantre edilmesi,
- (d) isteğe bağlı olarak (b) veya (c) adımından sonra elde edilen yardımcı öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin kurutulması.
- 2) İstem 1'e göre işlem olup (a) adımında, bu sulu süspansiyonun GCC'nin kuru ağırlığının %20 ile %80'ini, tercihen %50 ile %75'ini ve en çok tercihen %50 ile %70ini içermesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 15
- 3) İstem 1 veya 2'den herhangi birine göre işlem olup (c) adımının gerçekleştirilmesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 4) İstem 1 ile 3'ten herhangi birine göre işlem olup (d) adımını gerçekleştirilmesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 20
- 5) İstem 1 ile 4'ten herhangi birine göre işlem olup (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin, sulu ortamda gerçekleştirilmesi, burada, kalsiyum karbonatın konsantrasyonunun %20 ile %80 (kalsiyum karbonatın kuru ağırlığına bağlı olarak) tercihen %50 ile %75 ve en çok tercihen %50 ile %70 oranında olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 25

- 6) İstem 1 ila 5'ten herhangi birine göre işlem olup %0 ila 2, tercihen %0,2 ila 1,4 ve en çok tercihen %0,5 ila %1,2 arasında değişen toplam kuru mineral malzemeye göre % ağırlıkta mevcut en az bir dağıtma ve/veya öğütme yardım maddesinin, (b) adımı sırasında veya sonrasında ilave edilebilmesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 5 7) İstem 1 ila 6'dan herhangi birine göre işlem olup (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin, talk, kil,  $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$  veya bunların karışımları arasından seçilen en az bir başka mineral maddenin varlığında gerçekleştirilmesi ile **karakterize edilmektedir.**
- 8) İstem 7'ye göre işlem olup diğer mineral malzemenin, talk, kil veya bunların 10 karışımları arasından seçilmesiyle **karakterize edilmektedir.**
- 9) İstem 8'e göre işlem olup, diğer mineral malzemenin, talk olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 10) İstem 8'e göre işlem olup diğer mineral malzemenin kil olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 15 11) İstem 1 ila 10'dan herhangi birine göre işlem olup (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 7'nin üzerinde pH'da gerçekleşmesi ile **karakterize edilmektedir.**
- 12) İstem 11'e göre işlem olup (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 10'un üzerinde pH'da gerçekleşmesi ile **karakterize edilmektedir.**
- 20 13) İstem 12'ye göre işlem olup (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 11'in üzerinde pH'da gerçekleşmesi ile **karakterize edilmektedir.**
- 14) İstem 1 ila 13'ten herhangi birine göre işlem olup (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi sırasında öğütücü içeriklerinin 60°C'nin üstünde, tercihen 90°C'nin üstünde ve en çok tercihen 100°C'nin üstünde bir sıcaklık artışına tabi 25 tutulmasıyla **karakterize edilmektedir.**

- 15) İstem 1 ila 14'ten herhangi birine göre işlem olup PCC'nin toplam GCC ve PCC ağırlığına göre ağırlık oranının %10 ila %90, tercihen %20 ila %80 ve en çok tercihen %30 ila %70 arasında mevcut olmasıyla **karakterize edilmektedir.**
- 16) İstem 1 ila 15'ten herhangi birine göre işlem olup (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin  
5 birlikte öğütülmesinin, öğütme ortamı olarak keria içeren zirkonyum oksit öğütme boncuklarının mevcudiyetinde gerçekleştirilmesiyle karakterize edilir, bu boncuklar şunlara sahiptir;
- söz konusu boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça %14 ila 20 arasında, tercihen söz konusu boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça %15 ila 18 arasında en çok  
10 tercihen, söz konusu boncuğun toplam ağırlığına göre ağırlıkça yaklaşık %16 keria içeriği ve
- söz konusu taneciklerin, 1  $\mu\text{m}$ 'den az, tercihen 0.5  $\mu\text{m}$ 'den az ve en çok tercihen 0.3  $\mu\text{m}$ 'den az olan taneciklerin sinterlenmesinden sonra ortalama bir tane büyüklüğü.
- 17) İstem 16'ya göre işlem olup boncukların orijinal çapının öğütülmeden önce 0,2 mm  
15 ila 1,5 mm, tercihen 0,4 mm ila 1,0 mm arasında olması ile **karakterize edilmektedir.**

**TARİFNAME****Belirli bir diklik faktörü ile GCC ve PCC tipinde birlikte öğütülmüş kalsiyum karbonat materyali üretme işlemi****Tarifname**

5 Bu buluşun amacı, GCC (öğütülmüş kalsiyum karbonat) ve PCC (çökeltilmiş kalsiyum karbonat) içeren bir kalsiyum karbonat materyali elde etmeye yönelik bir işlem sağlamaktır. Bu tür malzemeler, örneğin kâğıt endüstrisinin birçok alanında kullanım için uygundur.

10 Mevcut buluşun bir amacı da, en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 olan belirli bir diklik faktörü ( $d_x$ , parçacıkların ağırlıkça %'inin daha ince olduğu görelî eşdeğer küresel çap olduğu  $d_{30}/d_{70} \times 100$  olarak tanımlanır ) olan, GCC ve PCC içeren bir kalsiyum karbonat materyali elde etmek için bir işlem sağlamaktır. Bu tür bir malzeme, özellikle parlaklık açısından, böyle bir malzemeyle kaplanmış kağıdın üstün özelliklerine yol açar.

15 Aynı zamanda, mevcut buluşun bir amacı, düşük maliyetli bir şekilde en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercih edildiği durumda en az 45 olan diklik faktörüyle GCC ve PCC içeren bir kalsiyum karbonat materyali elde etmek için bir işlem sağlamaktır, buradaki GCC ve PCC, muhtemelen en azından başka bir mineral madde ile birlikte öğütülür.

20 Kağıt endüstrisi için kağıt kaplama formülasyonlarında birçok türde mineral kullanılır. Kil geleneksel olarak diğer mineral pigmentlere oranla düşük maliyeti nedeniyle bu amaçla kullanılmıştır.

Kalsiyum karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) hem kaplama hem de dolgu pigmenti olarak kullanılır ve özellikle son ürünün perdahlık, opaklık veya parlaklık gibi bazı teorik özelliklerini geliştirdiği bilinmektedir. Kalsiyum karbonat GCC olarak adlandırılan öğütülmüş veya 25 doğal kalsiyum karbonat ve PCC olarak adlandırılan sentetik veya çökeltilmiş kalsiyum karbonat olmak üzere iki türde olabilir.

Öğütülmüş kalsiyum karbonat, kireçtaşı, mermer veya tebeşir gibi doğal kaynaklardan elde edilen ve öğütme gibi bir işlemle işlenen kalsiyum karbonattır. Çökeltilmiş kalsiyum karbonat, genellikle karbondioksit ve kireç sulu bir ortamda tepkimeyi takiben çökeltme ile elde edilen sentezlenmiş bir malzemedir. Bu PCC, eşkenarlı ve/veya scalenohedral ve/veya aragonitik olabilir. Bu alanda uzman olan kişinin ihtiyaçlarına göre, bu GCC veya PCC ek olarak örneğin stearin ile yüzey işlemine tabi tutulabilir.

Kaplamalı kağıdın nihai özelliklerini daha kesin bir şekilde düzenlemek için her ikisinin de kağıt kaplama formülasyonlarında bulunması ilgi çekici olabileceği için, uzun yıllar boyunca, GCC ve PCC içeren mineral bulamaçların teknikte uzman bir kimseye temin edilmesi gerekmiştir. Kağıt endüstrisinde hem doğal hem de çökeltilmiş kalsiyum karbonatın kullanımına ilişkin yayınlar, örneğin, "PCC veya GCC, alkali dönüşümünde kalsiyum karbonat seçimini belirleyen faktörler" (Kasım 1995 28. Kağıt Hamuru ve Kâğıt Yıllık Toplantısı'nın ardından yayınlandı) ve ve "kaplanmamış ve kaplanmış tahta içermeyen kağıtlar için birincil dolgu maddesi olarak GCC vs. PCC" (Tappi Journal 2000, 83 (5), sayfa 76): bu yayınlar, kağıt endüstrisinde kullanım için PCC/GCC karışımlarının özelliklerini ifade ederler. "Tebeşir: yüksek dolgulu sac için bir kalsiyum karbonat"(TAPPI Proceedings, April 5-8 1992, Papermakers Conference, Book 2, Opryland Hotel, Nashville TN, , TAPPI Press, pp. 515-520) bölümünde, yazar, PCC ile ilişkili dezavantajların, bu mineralin GCC gibi diğer dolgu maddeleri ile birlikte kullanılmasıyla giderilebileceğini öne sürmektedir. Son olarak, "Kalsiyum karbonat pigmentleri ile kaplama yapısı ve kağıda ve baskı parlaklığına etkisi" bölümünde (Pulp & Paper Canada, 2004, 105(9), pp. 43-46), GCC ve PCC içeren farklı pigment karışımlarının, parlaklık ve baskı parlaklığı dahil olmak üzere kağıt özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Başvuru sahibi, bu yayınların, kağıt endüstrisinde kullanım için GCC ve PCC karışımlarının elde edilmesinin gerekliliğini ortaya koydukları için, buluşun teknik geçmişine ait olduklarının altını çizmektedir. Bununla birlikte, bu yayınların hiçbiri hem GCC hem de PCC'nin birlikte öğütülmesini göstermez veya açığa çıkarmaz ve ayrıca bu buluşun amaçlarından biri olan belirli bir diklik faktörüne sahip bir birlikte öğütülmüş ürün elde etme olasılığını göstermez.

Kaplı kağıtların nihai özelliklerinin bazılarını geliştirmek için teknikte uzman kişinin ihtiyaçlarına daha fazla atıfta bulunarak, parlaklık gibi nihai ürününün bazı optik özelliklerini geliştirmek için teknikte uzman kişi için ek bir ihtiyaç vardır. Bu gereksinimle

karşı karşıya kalan, teknikte uzman kişi, kağıt kaplama formülasyonunda kullanılan mineral malzemenin "diklik faktörünün" temel öneme sahip bir kriter olduğunu bilir: diklik faktörü için spesifik değerlerin seçimi, belirli bir mineral malzemenin seçimi ile bağlantılı olarak, kaplanmış kağıdın optik özelliklerinde bir iyileşmeye yol açabilmektedir.

- 5 Bu noktada, Başvuru Sahibi diklik faktörünü tanımlamanın ortak bir yolunun " $d_x$  eşdeğer küresel çapının (parçacıkların ağırlıkça %x'inin daha ince olduğu)  $d_y$  eşdeğer küresel çapının (parçacıkların ağırlıkça %y'sinin daha ince olduğu), 100 ile çarpılması olduğunu göstermektedir. Bu şekilde, bulamaç formunda veya kuru bir toz formunda belirli bir mineral madde için diklik faktörü, karşılık gelen granülometrik eğrinin dikliği olarak kabul
- 10 edilebilir.

- Bu alanda, teknikte uzman kişi, selüloz bazlı substrat ve hafif kaplama baz kağıdında kullanılan kağıt kaplamalarda veya dolgu kompozisyonlarında yüksek derecede parlaklık, beyazlık ve flüoresansı hedefleyen WO 2003/089 524 sayılı patenti bilir. Önerilen çözelti, en az 90 GE parlaklığına ve en az 39 bir diklik faktörüne ( $d_{30}/d_{70} \times 100$ ) sahip sulu bir
- 15 kaolinden oluşur. Buluş sahiplerinin gerek duyduklarından biri bu mineralin kullanımından kaçınmak olduğundan dolayı, bu belgenin kalsiyum karbonatla ilgili öğretiler sunmadığına dikkat edilmelidir.

- Önceki teknik ayrıca, belirli diklik faktörleriyle birlikte, tek tip bir kalsiyum karbonat kullanımıyla ilgili bazı dokümanları da ortaya koymaktadır. EP 0 894 836, bulamaçta
- 20 aglomere edilmiş pigmentin ayrışmasını önleyen, ticari olarak temin edilebilir dağıtıcı sudan ve ağırlık olarak (w.t) %80-99'un boyutu  $2 \mu\text{m}$ 'nin altında olduğu, ağırlık olarak %(w.t) 50-90'nın  $1 \mu\text{m}$ 'nin altında olduğu ve ağırlıkça %0-10'un,  $0.2 \mu\text{m}$ 'in altında olduğu, diklik faktörünün ( ağırlıkça %50 çap boyutunun ağırlıkça %20 çap boyutuna göre) 1.5-2.0 olduğu ve gözenekliğin %45-65 olduğu bir partikül büyüklüğü dağılımına sahip aglomere
- 25 edilmiş karbonat içeren pigmentten oluşan bulamaçı açıklamaktadır. Bu buluşun sadece kalsit, mermer ve tebeşir tipi doğal kalsiyumkarbonat ile ilgilendiği açıktır; ayrıca, buluş bir dispersiyon işlemine dayanmaktadır ve yukarıda bahsedilen karbonat içeren pigmentin öğütülmesini göstermez. US 2002 155 055, kağıtta kullanılmak üzere kalsiyum karbonat bileşimlerinin parçacık büyüklüğü dağılımının genişliğinin azaltılması sorununu
- 30 ele almaktadır, ancak buluş sahipler tarafından kabul edildiği üzere, sadece öğütülmüş kalsiyum karbonat üzerine odaklanmaktadır (bakınız [0007]). Önerilen çözüm, doğal

kalsiyum karbonatın bir dağıtıcı madde içermeyen sulu süspansiyonunun oluşturulması, süspansiyonun diklik oranına (A) sahip bir kalsiyum karbonat bileşimi üretmek için ıslak öğütülmesini ve süspansiyonun, (A) oranından daha küçük diklik oranına (B) sahip bir kalsiyum karbonat bileşimi üretmek üzere 35°C'nin altındaki sıcaklıklarda yaşlandırılması 5 adımı içeren bir süreçte yatmaktadır. Bu belgede, boyut dağılımı bir Sedigraph™ kullanılarak yansıtıldığında, %75'lik kütlede parçacıkların ortalama çapı, %25'lik kütledeki parçacıkların ortalama çapına bölünmesiyle diklik faktörü tanımlanmıştır.

En az bir başka mineral madde (ve özellikle kaolin) ile birlikte, tek tip veya her iki tipteki kalsiyum karbonatın (GCC ve PCC karışımları) kullanımıyla ve her malzemenin ve/veya 10 son karışımın diklik faktörü için bazı özel değerlerin açıklanmasıyla ilgili önceki teknik belgeler de mevcuttur. WO 2003/093 577, kağıdın parlaklığını, opaklığını, parlaklığını ve pürüzsüzlüğünü arttırmak için kağıdın belirli formülasyon pigmentlerinin kâğıt kaplama formülasyonlarında yararlı olabileceğini gösterir. Bu pigmentler, PCC olan bir birinci bileşeni ve en az 25 olan bir şekil faktörü olan ve en az 20 dik olan bir işlenmiş parçacık 15 halindeki sulu kaolin kili olan bir ikinci bileşeni veya küresel parçacık şekline sahip PCC olan birinci bileşeni ve şekil faktörü en az 45 olan ve ortalama eşdeğer parçacık çapı 0.5 µm'den az olan, işlenmiş parçacıklı sulu kaolin kili olan ikinci bileşeni veya PCC olan birinci bileşen ve 25'ten daha az şekil faktörüne sahip olan işlenmiş parçacık halindeki sulu kaolin kili olan ikinci bileşeni içerir. Ayrıca, WO 2002/016 509, kağıdın optik 20 özelliklerini ve kâğıt kaplamaların basılabilirliğini geliştirmek için, ortalama parçacık büyüklüğü 0.7-3 µm olan ve en az 60'lık bir şekil faktörü olan kaolinin kullanılması avantajlıdır; bu kaolin tipi, talk, kalsiyum sülfat ve/veya alkalın toprak metal karbonat gibi başka bir dolgu maddesi ile birlikte kullanılabilir. Son olarak, WO 2000/066 510, blok kaolin kilinden üretilen ince bir kaolinin ve her iki partikül, 0.8 µm'den küçük bir medyan 25 partikül büyüklüğüne ve 38'den büyük  $100 \times d_{30}/d_{70}$  olarak tanımlanan bir diklik faktörüne ve kaolin/karbonat ağırlık oranının 40/60, tercihen 50/50 olduğu GCC veya PCC olabilen bir kalsiyum karbonattan oluşan pigment bileşimlerinin kaplanmış kağıdın optik özelliklerini ve basılabilirliğini iyileştirebildiğini göstermektedir. Bu üç belge, kalsiyum karbonat (muhtemelen hem GCC hem de PCC tipinde) ve bu buluşun bir gereği 30 olmayan kaolin karışımlarının kullanımına atıfta bulunurken, PCC ve GCC'yi birlikte öğütme olanağını, hatta kaolinin en az bir tip kalsiyum karbonat minerali ile birlikte ne öğütme olasılığını öğretirler ne de bunları gösterirler.

Mevcut buluşun kapsamına daha yakın olacak şekilde, ayrıca, özellikle kaplanmış kağıdın bazı optik özelliklerini geliştirmek için kağıt formülasyonlarında kullanılmak üzere GCC ve PCC karışımlarının kullanımına ilişkin belgeler de bulunmaktadır. DE4 128 570, kağıdın doldurulması ve kaplanması için belirtilen parçacık şekli ve büyüklüğüne sahip bir karbonat dolgu maddesi ve pigmenti açıklar, yüksek opaklık, beyazlık derecesi ve dolgu maddesi içeriği verir. Bu tür bir karbonat dolgu maddesi ve pigment, bir gradyan faktörü (ağırlıkça %50 /%20  $\mu\text{m}$  cinsinden  $\mu\text{m}$  cinsinden oranı) 1.1-1.4 olan bir eşkenar dörtgen veya yuvarlak parçacık şekline, 8 ila 19 arasında değişen, 0.6  $\mu\text{m}$ 'den daha ince %1  $\mu\text{m}$ /daha ince partiküllerin R oranı ve 0,4 ila 1,5  $\mu\text{m}$  arasında değişen ortalama istatistik parçacık çapına sahiptir. Son olarak, WO 2004/059 079 sayılı Uluslararası Patent başvurusunda, öğütülmüş kalsiyum karbonat olan birinci pigment ve çökeltilmiş veya öğütülmüş kalsiyum karbonat olan ikinci pigment, farklı boyut dağılım dikliği faktörlerine sahip (100 x  $d_{30}/d_{70}$ ) karbonat, birinci ve ikinci pigmentleri içeren, kağıtta yararlı olan partikül pigment bileşimleri açıklanmaktadır. Daha kesin olarak, talep edilen tanecikli pigment bileşimi iki pigment bileşeni içerir. Birincisi diklik faktörü 30-45 olan partikül GCC karbonat içerir ve ikincisi dikliği faktörü 55-75 olan PCC'yi ve en fazla 0.5 mm çapa sahip olan veya diklik faktörü 40-55 olan GCC'yi içerir.

Öncelikle, bu iki belgenin hiçbirinin, bu buluşun amaçlarından biri olmayan nihai ürünün belirli bir diklik faktörünü açıklamadığı anlaşılmalıdır. İkincisi, bu belgelerin hiçbirisi GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesini göstermemektedir. Bu buluşların hem GCC hem de PCC kalsiyum karbonat tiplerinin karışımına dayandığı açıkça görülmektedir: teknikte yetkin kişi yeni sorunlarla karşılaşmaktadır. Belli bir granülometri ile ince öğütülmüş PCC genel olarak arzu edilir, söz konusu granülometri kuru ve/veya sulu ortamda öğütülerek elde edilir. Bununla birlikte, bu öğütme adımından sonra, ortaya çıkan ince PCC partiküllerinin çöktüğü ve daha sonra mekanik yollarla ve/veya topak çözücü maddelerin ilavesiyle topaklanması (bu kadar ince öğütülmüş PCC'nin ayrıştırılması için işlemler özellikle JP 2001 089 505, JP 56 104 713, US 6 143 065 veya US 5 279 663'te açıklanmaktadır) gerektiği gözlenmiştir: bu ekleme adımı PCC üretim sürecinde ek bir masrafı yansıtır; bu dağılma adımını düşük maliyetli bir şekilde gerçekleştirme ihtiyacı vardır. Son olarak, her bir bileşeni karıştırmadan önce ayrı ayrı öğütmek yerine GCC ve PCC'yi birlikte öğütmek, bilhassa, aşağıda tarif edilen belirli ceria-içeren boncukları kullanırken, öğütme

verimliliğinde şaşırtıcı bir artış (istenen diklik faktörü ile nihai ürünleri elde etmek için gereken toplam spesifik enerjide azalma) gözlemlenmiştir.

Yukarıda belirtildiği gibi, teknikte uzman bir kimsenin kağıt üretiminde kullanım için hem GCC hem de PCC içeren mineral bulamaçlarını sağlamaya ihtiyaç vardır, karşılık gelen mineralin diklik faktörü seçilir, böylece kaplanmış kağıdın optik özellikleri, özellikle, GCC ve PCC'nin basit bir şekilde karıştırılması durumunda gerektiği gibi, aglomere PCC'nin aglomera haline getirilmesinin ilave pahalı basamağını önlemek için maliyet etkin bir şekilde geliştirilir.

Mevcut buluşla, önceki teknikte mevcut dezavantajları olmayan, hem GCC hem de PCC içeren bir kalsiyum karbonat mineral materyali üretmenin yeni bir işlemi şaşırtıcı bir şekilde bulunmuştur. Bu işlem, muhtemelen en az bir başka mineral madde ile birlikte GCC ve PCC'yi birleştirme adımını içerecek şekilde, en az %30, tercihen en az %40 ve en çok tercihen en az %45 bir diklik faktörü sunarak, GCC ve PCC tipindeki ortak öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin hazırlanmasına yönelik bir işlemdir.

Daha kesin olarak, buluş, en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 diklik faktörünün yansıtıldığı, GCC ve PCC'yi içeren ortak bir kalsiyum karbonat malzemesinin üretilmesiyle ilgili olup, aşağıdaki adımları içermesiyle karakterize edilir:

(a) GCC'yi sulu bir süspansiyon halinde sağlamak,

(b) İsteğe bağlı olarak en az başka bir mineral malzemeyle, GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesini

(c) isteğe bağlı olarak (b) adımından sonra elde edilen birlikte-öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin elenmesi ve/veya konsantre edilmesi,

(d) isteğe bağlı olarak (b) veya (c) adımından sonra elde edilen yardımcı öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin kurutulması

Bu işlem, teknikte uzman kişilerin, özellikle kâğıt endüstrisinde kullanılabilecek hem GCC hem de PCC içeren sulu bulamaç ve/veya kuru ürün elde etmelerini sağlar. Ayrıca ve nihai ürünün diklik faktörü ile ilgili spesifik seçim nedeniyle, kaplanmış kağıtta en az 30,

tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 olan yüksek parlaklık özelliklerine sahip olunur.

Son olarak, birlikte öğütme adımından sonra, önemli ilave PCC de aglomerasyonunun gerekli olmadığı şaşırtıcı bir şekilde bulunmuştur: bu nedenle, buluşa göre olan işlem, bir PCC'nin ilk aglomerasyonunu gerektiren hem GCC hem de PCC'nin basit bir şekilde karıştırılmasını esas alarak önceki teknikteki işlemlerden daha ucuzdur. Son olarak, karıştırmadan önce her bir bileşenin ayrı ayrı öğütülmesinin aksine, GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi, özellikle daha sonra tarif edilen belirli ceria-içeren boncukların kullanılması durumunda, öğütme verimliliğinde şaşırtıcı bir artış (istenen ürün miktarının parçacığının nihai ürünlerini elde etmek için gereken toplam özgül enerjide azalma) gözlemlenmiştir.

Başvuru Sahibi aynı zamanda bir PCC karışımı içeren %25-75 katı konsantrasyonlu bir sulu bulamacı veya kurutulmuş ıslak pasta içeren ve 1000 cp'nin (25°C) altında bir viskoziteye sahip bir bulamaç verecek şekilde bir karıştırıcıda dağıtılan ve 0.2-3 µm'lik medyan çapında kalsiyum karbonat parçacıkları içeren viskozite azaltma maddesini açıklayan ve 0.2-3 µm ortalama çapında kalsiyum karbonat partikülleri içeren EP 0 850 880'den bahsetmek ister. Bulamaç daha sonra (II) 20: 80 ila 80: 20'lik bir ağırlık oranı ve %60-85'lik bir katı madde konsantrasyonu verecek şekilde 1.5-30 µm'lik medyan çaplı kuru öğütülmüş kalsiyum karbonat parçacıkları ile karıştırılır. Bulamaç daha sonra bir karıştırıcıda 1000 cp'nin altında bir viskoziteye kadar dağıtılır ve son olarak 0.2-2 µm'lik medyan çapta kalsiyum karbonat parçacıkları içeren bir ürün sulu bulamacını vermek üzere kum öğütme değirmeni içinde dağıtılır. EP 0 850 880 patenti, GCC bileşeni ıslak zeminde olduğunda, bu buluş tarafından çözümlenen farklı bir teknik problem olan ıslak kesme reolojisi zorluklarına karşı koyan bir çözüm olarak yukarıdaki işlemi açıklar. Mevcut buluşta aksine, ilk olarak, ıslak zımparalamanın parlaklık kaybı olmadan da kabul edilebilir olduğu bulunmuştur. Ayrıca, patent sahibi, GCC'nin kuru bir şekilde öğütülmesini gerektiren bu işlemle üretim işleminde herhangi bir ürünün elde edilmesine referansta bulunmaz. Son olarak, bu patent, arzu edilen bir miktarda parçacığın ve istenen bir BET özgül yüzey alanının bir kombinasyonunun, enerjisel olarak ekonomik bir işlemle parlaklık gelişimi için elde edilebileceğini açıklamaz.

Buluş, en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45'in  $d_{30}/d_{70} \times 100$  olarak bir diklik faktörünü yansıtarak, GCC ve PCC'yi içeren ortak bir kalsiyum karbonat materyali üretme işleminden oluşur, karakterize edici özelliği, aşağıdaki adımları içermesidir:

- (a) GCC'yi sulu bir süspansiyon halinde sağlamak,
- 5 (b)  $d_{30}/d_{70} \times 100$  olarak tanımlanan diklik faktörünün en az 30, tercihen en az 40 ve en çok tercihen en az 45 olana kadar isteğe bağlı olarak en az başka bir mineral malzemeyle, GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi,
- (c) isteğe bağlı olarak (b) adımından sonra elde edilen birlikte-öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin elenmesi ve/veya konsantre edilmesi,
- 10 (d) isteğe bağlı olarak (b) veya (c) adımından sonra elde edilen yardımcı öğütülmüş kalsiyum karbonat malzemesinin kurutulması

Buluşa göre olan işlem, (a) adımında, kalsiyum karbonat malzemesinin sulu bir süspansiyon halinde sağlanması ve bu sulu süspansiyonun kuru ağırlıkça %20 ila 80, tercihen %50 ila 75 ve en çok tercihen %50 ila 70 arasında kalsiyum karbonat içermesi ile karakterize edilir. Bahsedilen sulu süspansiyon, kalsiyum karbonat malzemesinin ıslak bir kek şeklinde dağılmasından kaynaklanabilir.

Bu özel uygulamada, ıslak öğütülmüş doğal kalsiyum karbonat, (b) adımından önce, örneğin köpüklü yüzdürme yoluyla silikat safsızlıkları gibi safsızlıkların giderilmesine izin veren ıslak faydalı bir aşamaya tabi tutulabilir.

20 Başka bir düzenlemede, buluşa göre olan işlem aynı zamanda (c) adımının gerçekleştirilmesi ile karakterize edilir.

Başka bir uygulamada, buluşa göre olan işlem aynı zamanda (d) adımının gerçekleştirilmesi ile karakterize edilir.

Daha genel olarak, buluşa göre olan işlem, ayrıca (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin sulu ortamda gerçekleştirilmesi ile karakterize edilir, burada kalsiyum karbonat konsantrasyonu %20 ila 80, tercihen %50 ila 75 ve en çok tercih edilen haliyle %50 ila 70 (kuru ağırlıkça kalsiyum karbonat) arasındadır.

Buluşa göre olan işlem ayrıca, %0 ila 2, tercihen %0,2 ila 1,4 ve en çok tercih edilen şekliyle %0,5 ila 1,2 arasında değişen toplam kuru mineral maddeye göre %ağırlık olarak mevcut olan en az bir dağıtma ve/veya öğütme yardım maddesi (b) adımıyla birlikte öğütülme öncesinde, sırasında veya sonrasında eklenebilmesiyle karakterize edilir.

- 5 Teknikte uzman bir kişi, ulaşmak istediği özelliklerin bir işlevi olarak dağıtıcı ve/veya öğütücü yardım maddesini seçecektir. Örneğin, (met) akrilik asit homopolimerlerini ve/veya (met) akrilik asit kopolimerlerini, tamamen veya kısmen nötrleştirilmiş diğer suda çözünür monomerler, bu gibi homo ve kopolimerler ile birlikte kullanılabilir.

- 10 Bu tür katkı maddeleri, 25°C'de ölçüldüğü gibi 3000 mPa.s'den az, tercihen 1000 mPa.s'dan az stabil Brookfield™ viskozitesi elde etmek için eklenebilir.

Buluşa göre olan işlem ayrıca (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin talk, kil, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub> veya bunların karışımları arasından seçilen en az bir başka mineral madde varlığında gerçekleştirilmesi ile karakterize edilir.

Daha tercihen, diğer mineral malzeme talk, kil veya bunların karışımları arasından seçilir.

- 15 En çok tercihen, diğer mineral malzeme talk veya kildir.

Buluşa göre olan işlem, ayrıca (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin, 7'nin üzerinde bir pH'da gerçekleşmesi ile karakterize edilir.

Başka bir uygulamada, buluşa göre olan işlemin özelliği, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 10'un üzerinde bir pH'da gerçekleşmesidir.

- 20 Başka bir uygulamada, buluşa göre olan işlemin karakteristik özelliği, (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesinin 11'in üzerinde bir pH'da gerçekleşmesidir.

- 25 Bu pH artışı, aşağıdakilerden birinin veya daha fazlasının sonucu olabilir: bazın, tercihen bir mono veya iki değerli katyonun, en çok tercihen sodyum veya kalsiyumun ilavesiyle, biyosit alkalın preparasyonunun ilavesiyle veya PCC ve GCC'nin birlikte öğütülmesi sırasında olduğu gibi bir malzemenin öğütülmesi sırasında Ca(OH)<sub>2</sub> gibi bir hidroksit salınımı ile sonuç alınabilir. Başvuru sahibi, hâlihazırda öğütme adımı (b) sırasında eklenebilecek biyositlerden bahseden mevcut patent başvurusunun yapıldığı tarihte

henüz yayımlanmamış 05 00779 sayılı Fransız patent başvurusunu bildiğini belirtmektedir.

5 Buluşa göre işlem, öğütücü içeriğinin, 60°C'nin üstünde, tercihen 90°C'nin üstünde ve en çok tercihen 100°C'nin üstünde bir sıcaklık artışına maruz kalmasıyla da karakterize edilir.

Bu sıcaklık, değirmen içeriğinin değirmendeki herhangi bir noktada ulaştığı sıcaklığı ifade eder. Özellikle, değirmen tabanındaki değirmen içerikleri, daha yüksek bir hidrostatik basıncın sonucu olarak daha yüksek bir sıcaklığa maruz kalabilir.

10 Buluşa göre olan işlem ayrıca (b) adımıyla birlikte öğütme işleminin toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının %10 ila 90'ını, tercihen toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının %20 ila 80'ini ve en çok tercih edilen haliyle toplam kombine PCC ve GCC ağırlığının %30 ila %70'ini oluşturduğu zaman PCC'nin mevcut olmasıyla karakterize edilir.

15 Buluşa göre olan işlem ayrıca (b) adımı sırasında GCC ve PCC'nin birlikte öğütülmesi, öğütme ortamı olarak keria içeren zirkonyum oksit öğütme boncuklarının varlığında gerçekleştirilmesiyle de karakterize edilir, bu tanecikler şunlara sahiptir.

- söz konusu boncukun toplam ağırlığına göre ağırlıkça %14 ila %20 arasında, tercihen bahsedilen tane toplam ağırlığına göre ağırlıkça %15 ila 18 arasında ve en çok tercih edilen durumda bahsedilen tane toplam ağırlığına göre ağırlıkça yaklaşık %16 arasında keria içeriğine sahiptir,

20 - söz konusu tanecikleri 1 µm'den az, tercihen 0.5 mm'den az ve en çok tercih edilen haliyle 0.3 µm'den az olan taneciklerin sinterlenmesinden sonra ortalama bir tane büyüklüğüne sahiptir.

Bu tane büyüklüğü, tanelerin taramalı elektron mikroskop görüntülerinin analizi ile belirlenir. Boncuk keria içeriği, ICP Optik Emisyon Spektrometresi ile analiz edilir.

25 Buluşa göre olan işlem ayrıca, taneciklerin 0,2 ila 1,5 mm, tercihen 0,4 ila 1,0 mm arasında öğütülmeden önce orijinal bir çapa sahip olması ile karakterize edilir.

ÖRNEKLER

Aşağıdaki örnekler, buluşun bazı düzenlemelerini gösterme amaçlıdır ve sınırlayıcı değildir.

Medyan çapı ( $d_{50}$ ) ve verilen çap değerinin altında bir çapa sahip parçacıkların oranı, bir Sedigraph™ 5100 kullanılarak ölçülmüştür.

#### 5 Örnek-1 –Karşılaştırmalı Örnek

Ortalama çapı 1.5  $\mu\text{m}$  olan öğütülmüş kalsiyum karbonat, aşağıdaki katkı maddelerinin mevcudiyetinde %74.5 katı içeriğinde ıslak öğütüldü: %1.51 sodyum poliakrilat, keria içeren zirkonyum oksit öğütme boncukları kullanarak iki geçişli bir işlemde 0,45  $\mu\text{m}$ 'lik bir medyan boncuk çapı, toplam boncuk ağırlığına göre ağırlıkça %16'lık bir  $\text{CeO}_2$  içeriği ve 10 0,4  $\mu\text{m}$ 'lik sinterleme sonrası tane büyüklüğüne sahiptir. Bu malzeme için %97'lik 1  $\mu\text{m}$ 'dan daha az parçacık fraksiyonlu nihai bir GCC elde etmek için gereken özgül öğütme enerjisi 270 kWh/t idi.

Daha sonra %75 oranında seyreltilmiş katı madde içeriğine sahip olan öğütülmüş GCC malzemesinin bulamacı, daha sonra, aşağıdaki bileşen oranlarından oluşan standart bir 15 kağıt kaplama formülasyonuna ilave edildi.

	100 parça	öğütülmüş GCC malzemesi
	10.5 parça	SBR lateks
	0.5 parça	sentetik kalınlaştırıcı
	0.2 parça	polivinil alkol
20	0.2 parça	optik parlatma maddesi

Yukarıdaki kaplama, %68'lik bir nihai katı muhtevasına ayarlandı ve 10  $\text{g}/\text{m}^2$  /yan kaplama ağırlığında 71  $\text{g}/\text{m}^2$  gramajlı standart bir önceden kaplanmış ahşap içermeyen baz kağıda uygulandı. Bu kaplanmış baz kağıt daha sonra aşağıdaki kalenderleme koşulları altında bir süper kalender kullanılarak perdahlandı: 800 m/dak kalender hızı, 25 200 kN/cm kalender yükü ve 105°C'lik bir sıcaklık.

Kaplanmış kâğıt yüzeyinin parlaklığı %70 Tappi 75° idi.

Örnek 2 - Buluşa göre işlemin gösterimi

Medyan GCC çapı 1.4 mm olan %76 katı öğütülmüş kalsiyum karbonat içeren bulamaç tozu, medyan PCC çapı 0.75 mm olan %51 katı içerikli PCC bulamacının mevcudiyetinde öğütüldü. Değirmendeki PCC - GCC ağırlık oranı 50:50 idi. Değirmendeki bulamacın toplam katı içeriği %61 ve medyan çapı 1.1'dir. Öğütücü içerikleri daha sonra aşağıdaki

5 toplam katkı maddesi içeriğinin varlığında birlikte öğütüldü: 0.45 mm'lik bir medyan boncuk çapına, toplam boncuk ağırlığına göre ağırlıkça %16'lık bir CeO<sub>2</sub> içeriğine ve 0.4 mm'lik sinterlemeden sonra tanecik boyutuna sahip olan, keria-içeren zirkonyum oksit öğütme boncuklarının kullanılarak, ağırlıkça %0.95 sodyum poliakrilat ile birlikte üretildi. Yaklaşık %42'lik bir diklik faktörüne sahip nihai birlikte öğütülmüş GCC elde etmek için

10 gerekli özel öğütme enerjisi 200 kWh/t idi.

%70.2'lik bir katı muhtevasına sahip olan birlikte işlenen malzemenin elde edilen bulamacı daha sonra, aşağıdaki bileşenlerin ağırlık oranlarından oluşan standart bir kağıt kaplama formülasyonuna ilave edildi.

15	100 parça	birlikte işlenmiş malzeme
	10.5 parça	SBR lateks
	0.5 parça	sentetik kalınlaştırıcı
	0.2 parça	polivinil alkol
	0.2 parça	optik parlatma maddesi

Yukarıdaki kaplama, %68'lik nihai katı muhtevasına ayarlandı ve 10 g/m<sup>2</sup>/yan kaplama

20 ağırlığında 71 g/m<sup>2</sup> gramajlı standart önceden kaplanmış ahşap içermeyen baz kağıda uygulandı. Bu kaplanmış baz kağıt daha sonra aşağıdaki kalenderleme koşulları altında bir süper kalender kullanılarak perdahlandı: 800 m/dak kalender hızı, 200 kN/cm kalender yükü ve 105°C'lik bir sıcaklık.

Kaplanmış kağıt yüzeyinin parlaklığı %72 Tappi 75°'di.

25 Yukarıdaki sonuçlar Tablo 1'de özetlenmiştir.

Tablo1:

	Örnek 1	Örnek 2
Nihai öğütme ürününde 1 $\mu\text{m}$ 'dan daha ince parçacık oranı	97%	97%
Nihai öğütülmüş ürünün BET özgül yüzey alanı	28 $\text{g}/\text{m}^2$	23 $\text{g}/\text{m}^2$
Nihai öğütülmüş ürünün diklik faktörü	35	42
Nihai öğütülmüş ürünün medyan çapı	0.27 $\mu\text{m}$	0.27 $\mu\text{m}$
Ürünü üretmek için gereken toplam özel öğütme enerjisi	270 $\text{kWh}/\text{t}$	200 $\text{kWh}/\text{t}$
Ürün içeren formülasyonla kaplanmış Tappi parlak kâğıdı	70%	72%
Ürünü içeren formülasyonla kaplanmış kâğıdın parlaklığı	95.1 %	96.5 %
Ürünü içeren formülasyonla kaplanmış kâğıdın opaklığı	89.7%	90.2 %

Tablo 1, buluşa göre olan işlemin, önceki tekniğin işlemine göre eşit/gelişmiş bir parlaklığa yol açan belirli bir değerden daha ince istenen parçacık oranını elde etmek için daha az öğütme enerjisi gerektirdiğini göstermektedir.

#### Örnek 3 – Karşılaştırmalı örnek

Bu örnek, her bileşen karıştırılmadan önce ayrı öğütülen PCC ve GCC karışımını göstermektedir.

Tablo 2 Örnek 3 kapsamında belirtilen özelliklere sahip PCC başlatma malzemesinin %48 katı sulu bulamacı, 0.6 ila 1.0 mm öğütmeden önce bir boncuk çapına sahip itriyum-stabilize zirkonyum silikat öğütme boncukları kullanılarak ortamda öğütüldü. Tablo 2'de belirtilen uç malzeme özelliklerine sahip PCC uç malzemesini elde etmek için toplam 50  $\text{kWh}/\text{t}$  özel taşlama enerjisi harcanmıştır. Bu GCC bulamacının nihai katı içeriği %68 idi.

Ayrı olarak, Tablo 2 Örnek 3 kapsamında belirtilen özelliklere sahip GCC başlatma malzemesinin %74 katı sulu bulamacı, 0.6 ila 1.0 mm öğütmeden önce bir boncuk çapına sahip itriyum-stabilize zirkonyum silikat öğütme boncukları kullanılarak ortamda öğütüldü. Tablo 2'de belirtilen uç malzeme özelliklerine sahip GCC uç malzemesini elde etmek için toplam 210  $\text{kWh}/\text{t}$  özel taşlama enerjisi harcanmıştır. Bu GCC bulamacının nihai katı içeriği %75 idi.

PCC ve GCC bulamaçları daha sonra PCC: GCC ağırlık oranı 30: 70 olan PCC/GCC karışım malzemesi elde etmek üzere karıştırıldı. Bu bulamaç daha sonra aşağıdaki ağırlık oranlarındaki bileşenlerden oluşan standart bir kağıt kaplama formülasyonuna ilave edildi:

- |   |            |                           |
|---|------------|---------------------------|
| 5 | 100 parça  | PCC/GCC karışım malzemesi |
|   | 10.5 parça | SBR lateks                |
|   | 0.5 parça  | sentetik kalınlaştırıcı   |
|   | 0.2 parça  | polivinil alkol           |
|   | 0.2 parça  | optik parlatma maddesi    |
- 10 Yukarıdaki kaplama, %68'lik nihai katı muhtevasına ayarlandı ve 10 g/m<sup>2</sup>/yan kaplama ağırlığında 71 g/m<sup>2</sup> gramajlı standart önceden kaplanmış ahşap içermeyen baz kağıda uygulandı. Bu kaplanmış baz kağıt daha sonra aşağıdaki kalenderleme koşulları altında bir süper kalender kullanılarak perdahlandı: 800 m/dak kalender hızı, 200 kN/cm kalender yükü ve 105°C'lik bir sıcaklık.
- 15 Kaplanmış kâğıt yüzeyinin optik özellikleri, Tablo 2'de verilmiştir.

#### Örnek 4- Buluşa göre Örnek

Bu örnek, buluşa uygun bir işlemle elde edilen birlikte öğütülmüş PCC ve GCC'yi göstermektedir.

- 20 Tablo 2 Örnek 4 kapsamında belirtilen özellikleri sunan %74 katı içerikli öğütülmüş kalsiyum karbonat, bir ortam değirmeninde Tablo 2 Örnek 4 kapsamında listelenen özelliklere sahip %48 katı içerikli PCC bulamacının varlığında öğütüldü. Değirmende PCC'nin GCC'ye olan ağırlıklı oranı 30:70 ve katı içeriği %65.9 idi. Öğütücü içeriği, 0.6 ila 1.0 mm öğütmeden önce bir boncuk çapına sahip itriyum-stabilize zirkonyum silikat öğütme boncukları kullanılarak birlikte öğütüldü. Tablo 2'de belirtilen uç malzeme
- 25 özelliklerine sahip GCC/PCC birlikte öğütülmüş uç malzemeyi elde etmek için toplam 116 kWh/t özel taşlama enerjisi harcanmıştır. Bu GCC bulamacının nihai katı içeriği %70.3 idi.

Bu bulamaç daha sonra, aşağıda belirtilen bileşenlerin ağırlık oranlarından oluşan standart kağıt kaplama formülasyonuna ilave edilir.

	100 parça	PCC/GCC birlikte öğütme malzemesi
	10.5 parça	SBR lateks
	0.5 parça	sentetik kalınlaştırıcı
	0.2 parça	polivinil alkol
5	0.2 parça	optik parlatma maddesi

Yukarıdaki kaplama, %68'lik nihai katı muhtevasına ayarlandı ve 10 g/m<sup>2</sup>/yan kaplama ağırlığında 71 g/m<sup>2</sup> gramajlı standart önceden kaplanmış ahşap içermeyen baz kağıda uygulandı. Bu kaplanmış baz kağıt daha sonra aşağıdaki kalenderleme koşulları altında bir süper kalender kullanılarak perdahlandı: 800 m/dak kalender hızı, 200 kN/cm kalender yükü ve 105°C'lik bir sıcaklık.

Kaplanmış kağıt yüzeyinin parlaklığı Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2:

Ürün Adı		Örnek 3: PCC/GCC Karışım Malzemesi	Örnek 4: PCC/GCC Birlikte Öğütülmüş Malzeme
Başlangıç malzeme özellikleri			
GCC	d <sub>50</sub> (µm)	1.4	1.4
	diklik faktörü	28	28
PCC	d <sub>50</sub> (µm)	0.75	0.75
	diklik faktörü	55	55
Bitiş malzemesi özellikleri			
GCC	d <sub>50</sub> (µm)	0.40	--
	diklik faktörü	34	--
PCC	d <sub>50</sub> (µm)	0.38	--
	diklik faktörü	40	--
PCC / GCC	PCC/GCC ağırlık oranı	30/70	30/70
	d <sub>50</sub> (µm)	0.38	0.40
	diklik faktörü	37	38
	2 µm (%) den az bir çapa sahip parçacıkların oranı	89.5	88.8
	BET özgül yüzey alanı (g/m <sup>2</sup> )	18.1	18.2
Toplam özgül öğütücü enerjisi		162 kWh/t	116 kWh/t
Bitiş malzemesiyle kaplı kağıdın özellikleri			
Kağıt paklaklığı (Tappi 75°)		70.5 %	72 %
Opaklık		90.4 %	90.5 %
Parlaklık R457		97.9 %	97.9 %

Tablo 2, buluşa göre ortak bir PCC/GCC malzemesi hazırlama işleminin, PCC ve GCC'nin karşılaştırılabilir bir karışımını hazırlamak için gerekli olanlara kıyasla, herhangi bir kayıp olmadan veya optik özelliklerde bir iyileşme olmadan, daha az öğütme enerjisi gerektirdiğini göstermektedir.

#### 5 Örnek 5

Bu örnek, buluşa göre bir işlemin kullanımını göstermektedir, buradaki 3 mineral, doğal kalsiyum karbonat, çöktürülmüş kalsiyum karbonat ve kil, bahsedilen boncukun toplam ağırlığına göre ağırlıkça %16'lık bir ceria içeriği, 0.4 µm'lik boncukları oluşturan tanelerin sinterlenmesinden sonra ortalama tane büyüklüğü ve 0,45 µm'lik bir ortalama boncuk 10 çapına sahip keria içeren zirkonyum oksit öğütme boncukları ile birlikte öğütülür. Birlikte öğütülmüş malzeme daha sonra bir baz kağıdı kaplamak için kullanılan bir kaplama formülasyonuna eklenir ve elde edilen parlaklık ölçülür.

Aşağıdaki malzemeler birlikte oluşturuldu:

15 -1,4 mikron µ medyan GCC çapı sunan ve ağırlıkça %0.27 (kuru ağırlıkta GCC) akrilik asit homopolimeri kullanılarak hazırlanmış %74 katı içerikli öğütülmüş kalsiyum karbonat bulamacı,

-0,8 mikron µ medyan PCC çapı sunan ve ağırlıkça %0.7 (kuru ağırlıkta PCC) akrilik asit homopolimeri kullanılarak hazırlanmış %51 PCC bulamacı,

20 -ve %68 katı içerikli HUBER (Lithoprint™ adı altında Tescilli Ticari Marka) adı altında ticarileştirilmiş kil içerik bulamacı

Değirmendeki PCC:GCC:kil ağırlık oranı 45:45:10 idi.

Değirmeni içindeki bulamacın toplam katı içeriği %72 idi ve buluşu gösteren 2 test için medyan çapı 0.4 ve 0.5 mm idi.

25 Öğütücü içerikleri daha sonra aşağıdaki toplam katkı maddesi içeriğinin mevcudiyetinde bir araya toplandı:

-sırasıyla akrilik asit bir homopolimerinden sırasıyla ağırlıkça %0.4 ve %0.2 oranında (mineral maddenin kuru ağırlığına göre), burada 5 600 g/mol moleküler ağırlığa ve 2.4'e eşit bir polidispersiteye sahip sodyum hidroksit ile karboksilik fonksiyonların %14 mol'ü nötrleştirildi.

- 5 - 0.45  $\mu\text{m}$ 'lik bir medyan boncuk  $\text{çapına}$ , toplam boncuk ağırlığına göre ağırlıkça %16'lık bir  $\text{CeO}_2$  içeriğine ve 0.45  $\mu\text{m}$ 'lik sinterlemeden sonra tane boyutuna sahip olan, keria- içeren zirkonyum oksit öğütme boncuklarını kullanarak birlikte öğütüldü.

sırasıyla 0,4 ve 0,5  $\mu\text{m}$ 'lik bir medyan  $\text{çap}$  sergileyen birlikte öğütme malzemesine yol açar

- 10 Birlikte işlenen malzemedan elde edilen 2 bulamaç daha sonra aşağıdaki ağırlık oranlarındaki bileşenlerden oluşan standart bir kâğıt kaplama formülasyonuna ilave edildi.

100 parça birlikte işlenmiş malzeme

11 parça SBR lateks (DOW CHEMICALS™ tarafından ticarileştirilmiş DL 966)

0.5 parça sentetik kalınlaştırıcı (FINNIFIX™ tarafından ticarileştirilmiş CMC FF5)

0.4 parça polivinil alkol (CLARIANT™ tarafından ticarileştirilmiş PVA 4-98)

0.6 parça optik parlatma maddesi (BAYER™ tarafından ticarileştirilmiş Blancophor™ P)

- 15 Yukarıdaki kaplama, %78'lik nihai katı muhtevasına ayarlandı ve 10 g/m<sup>2</sup>/yan kaplama ağırlığında 78 g/m<sup>2</sup> gramajlı standart önceden kaplanmış ahşap içermeyen baz kağıda uygulandı. Bu kaplanmış baz kağıt daha sonra aşağıdaki kalenderleme koşulları altında bir süper kalender kullanılarak perdahlandı: 300 m/dak kalender hızı, 170 kN/cm kalender yükü ve 80°C'lik bir sıcaklık.

Medyan  $\text{çapı}$  0,4  $\mu\text{m}$  olan birlikte öğütme malzemesi için, kaplanmış kağıt yüzeyinin parlaklığı%73 Tappi 75 derece ve %45 DIN 75 derece idi.

- 20 Karşılaştırıldığında, medyan  $\text{çapı}$  0.4  $\mu\text{m}$  olan 100 parça GCC ile üretilen aynı kaplama %70 Tappi 75 derece ve %35 DIN 75 derece idi.

Medyan apı 0,5  $\mu\text{m}$  olan birlikte ğütme malzemesi için, kaplanmış kağıt yüzeyinin parlaklığı %68 Tappi 75 derece ve %40 DIN 75 derece idi.

Karşılaştırıldığında, medyan apı 0.4  $\mu\text{m}$  olan 100 para GCC ile üretilen aynı kaplama %63 derece 75 Tappi ve %35 DIN 75 derece idi.