

ÖZET

İNCE TANELİ DOLGU MADDELERİNİN SULU BULAMAÇLARI, BUNUN ÜRETİMİNE YÖNELİK YÖNTEM VE DOLGU MADDESİ İÇEREN KAĞITLARIN ÜRETİLMESİNE

5

YÖNELİK KULLANIM

Buluş en az kısmen anyonik kafesler ile kaplanmış ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçları ile ilgilidir, burada bulamaçları ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçları en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu bir dispersiyon ile işleme tabi tutulması ile elde edilmesi ve sulu bir bulamacı hazırlanması ve dolgu maddeleri içeren kağıtları, kartonun veya mukavvanın üretiminde kağıt malzemelerine katkı maddesi olarak kullanılması ile ilgilidir, burada üretim kağıt malzemelerinin sıvısının boşaltılması ile gerçekleşmektedir.

15

İSTEMLER

- 5 **1.** En azından kısmen anyonik kafesler ile kaplanan ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçları olup, bulamaçları; ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçları en azından polimerize edilmiş olan, bir monomer içeren fosfonik ve/veya bir fosforik asit grupları içeren en az bir anyonik kafesi ve 1 000 ila 65 000 arasında ortalama bir moleküler ağırlığa (M_w) sahip en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu bir dispersiyon ile işleme tabi tutulmasıyla elde edilmesi **ile karakterize edilmektedir.**
- 10 **2.** Anyonik kafesin cam geçiş sıcaklığının -50 ila $+10^\circ\text{C}$ aralığında bulunması **ile karakterize edilen,** İstem 1'e göre sulu bulamaç.
- 15 **3.** İstem 1'e göre sulu bulamaç olup, mono etilenik açıdan doymamış C_3 - C_8 -karboksilik asitlerin gerektiğinde aşağıdaki genel formül (I)'in mono alkoksillenmiş fosforik asitleri ile esterlenmesiyle elde edilen fosforik asit grupları içeren monomerlerin kullanılması **ile karakterize edilmektedir**
- $$\text{H}-[\text{X}]_n-\text{P}(\text{O})(\text{OH})_2 \quad (\text{I})$$
- 20 burada
- (X) bir düz zincirli veya dallanmış C_2 - C_6 alkilen oksit ünitesidir ve
(n) 0 ila 20 arasında bir tam sayıdır
- 25 **4.** İçinde (X)'in bir düz zincirli veya dallanmış bir C_2 - C_3 -alkilen oksit ünitesi ve (n)'nin 5 ila 15 arasında bir tam sayı olduğu formül (I)'in mono alkoksillenmiş fosforik asitlerinin kullanılması **ile karakterize edilen,** İstem 3'e göre sulu bulamaç.
- 30 **5.** Formül (I)'in mono alkoksillenmiş fosforik asitlerinin karışımaları 5 ila 15 arasında propilen oksit üniteleri ile kullanılması **ile karakterize edilen,** İstem 3 veya 4'e göre sulu bulamaç.
- 35 **6.** Mono etilenik açıdan doymamış C_3 - C_8 -karboksilik asitlerin akrilik asit, metakrilik asit, dimetil akrilik asit, etakrilik asit, maleik asit, sitrakonik asit, metilmalonik asit, krotonik asit, fumarik asit, mesakonik asit ve/veya itakonik asitin olması **ile karakterize edilen,**

İstem 3'e göre sulu bulamaç.

7. Mono etilenik ağırdan doymamış C₃-C₈-karboksilik asitlerin akrilik asit ve metakrilik asit olması **ile karakterize edilen**, İstem 6'ya göre sulu bulamaç.

5

8. İstem 1, 3 ila 7'den herhangi birine göre sulu bulamaç olup, anyonik kafeslerin aşağıdakilerden oluşması **ile karakterize edilmektedir**

(1) stiren ve/veya akril nitril veya metakrilonitril,

10

(2) C₁- ila C₁₀-alkollerinin akrilik asit esterleri ve/veya metakrilik asit esterleri ve gerektiğinde

(3) akrilik asit, metakrilik asit, maleik asit veya itakonik asit, ve

(4) gerektiğinde formül (I)'in mono alkoksillenmiş fosforik asitlerinin (met)akrilik asit esterleri, burada (X) ve (n) daha önce bahsedilen anlama sahiptir.

15

9. Anyonik kafeslerin ağırdan cinsinden %2 ila 25 arasında stirenden, ağırdan cinsinden %2 ila 25 arasında akril nitrilden, ağırdan cinsinden %50 ila 95 arasında C₁-C₄-alkil akrilatlardan, ağırdan cinsinden %0 ila 5 arasında akrilik asitten ve ağırdan cinsinden %0,1 ila 5 arasında formül (I)'in mono alkoksillenmiş fosforik asitlerinin (met)akrilik asit esterlerinden oluşması **burada (X)'in bir propilen oksit ünitesi ve (n)'nin 5 ile 15 arasında bir tam sayı olması ile karakterize edilen**, İstem 8'e göre sulu bulamaç.

20

10. Bozunmuş nişastanın bir maltodekstrinin olması **ile karakterize edilen**, önceki istemlerden herhangi birine göre sulu bulamaç.

25

11. Bulamaç en az ince taneli bir dolgu maddesinin ağırdan cinsinden %1 ila 70'i arasında bir miktar ve en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu bir dispersiyonun ağırdan cinsinden %0,01 ila 10 arasında bir miktar dolgu maddesi bazında dispersiyonun katmadde miktarı olarak içermesi **ile karakterize edilen**, önceki istemlerden herhangi birine göre sulu bulamaç.

30

12. En az ince taneli bir dolgu maddesinin bir sulu bulamaç içine dolgu maddesi bazında dispersiyonun katmadde miktarı olarak en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren bir sulu dispersiyonun ağırdan cinsinden %0,01 ila 10 arasındaki bir

35

miktarında ilave edilmesi, veya ince taneli bir dolgu maddesinin sulu bulamacında en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu bir dispersiyonunun içine sokulması ve bileşenlerin her durumda birbiriyle karıştırılması veya ince taneli dolgu maddesinin katı bir şekilde en az anyonik bir lateksi veya en az bir bozunmuş nişastayı içeren sulu bir dispersiyonunun içine yerleştirilmesi **ile karakterize edilen,** önceki istemlerden herhangi birine göre bir sulu bulamacı üretilmesine yönelik yöntem.

13. İstem 1 ila 6'dan herhangi birine göre sulu bulamaçları dolgu maddesi içeren kağıt, dolgu maddesi içeren kartonun veya dolgu maddesi içeren mukavvanın üretiminde kağıt malzemesinin sıvı boşaltılması ile kağıt maddesine katkı maddesi olarak kullanılması

TARİFNAME

İNCE TANELİ DOLGU MADDELERİNİN SULU BULAMAÇLARI, BUNUN ÜRETİMİNE YÖNELİK YÖNTEM VE DOLGU MADDESİ İÇEREN KAĞITLARIN ÜRETİLMESİNE

5

YÖNELİK KULLANIM

Buluş ince taneli dolgu maddelerinin en az kısmen polimerler ile kaplanmış sulu bulamaçlar ile bunların üretimi için yöntem ve yüksek kuru dirence sahip dolgu maddesi içeren kağıtlar, dolgu maddesi içeren kartonun ve dolgu maddesi içeren mukavvanın üretimi için katkı maddesi olarak kullanılmaya ilgilidir.

Dolgu maddesi içeren kağıtların üretiminde dolgu maddesi bulamacı kağıt makinesinin kalınlarına içine iletilmeden önce elyaf süspansiyonuna katılan Tutucu bir madde veya tutucu bir madde sistemi genellikle kağıt tabakasında mümkün olduğu kadar dolguyu tutmak için dolgu maddesi süspansiyonuna/lifli süspansiyona eklenir. Dolgu maddesinin kağıda katılması kağıt imalatçısına kağıt özelliklerinde çok sayıda iyileştirme olanağı sağlar. Buna opaklık, beyazlık, dokunma hissi ve basılabilirlik gibi özellikler dahildir.

Bunun dışında dolgu maddesi elyaf maddesinden daha ucuz ise, dolgu maddesinin katılması veya daha fazla katılması elyaf maddesi oranını indirgenmesine ve bununla birlikte kağıtın üretim maliyetinin azalmasına yol açabilir. Dolgu maddesi içeren kağıtlar veya özellikle yüksek dolgu maddesi miktarına sahip kağıtlar dolgu maddesi içermeyen kağıtlara veya daha düşük dolgu maddesi miktarına sahip kağıtlara göre daha kolay kururlar. Bunun sonucu olarak kağıt makinesi daha hızlı ve daha düşük buhar tüketimi ile çalışabilirler, bu hem üretimi artırır hem de maliyeti düşürür.

Bununla birlikte elyaf süspansiyonuna dolgu maddesi eklenmesi, sadece kısmen diğer kağıt yardımcı maddelerinin eklenmesi ile dengelenebilecek dezavantajlarda beraberinde getirir. Belirli bir gramaj için kullanılan dolgu maddeleri ile ilgili olarak sorunlar vardır. Kağıtın dayanıklılık özellikleri doğal olarak kağıt içindeki dolgu maddesi miktarını belirleyen en önemli parametrelerdir. Dolgu tutma, kağıt hamurunun sıvı kısmını boşaltılması ve de tutma sırasında muhtemelen kimyasal maddelere ihtiyaç duyulması ve tutkallama gibi diğer faktörler de burada rol oynamaktadır.

35 Kağıtların dayanıklılık özelliklerinin kaybı bazı durumlarda kuru ve ıslak kıvam verici

maddelerin kullanılmasıyla tamamen veya kısmen dengelenebilir. Bu arada yaygın bir prosedür, katyonik nişastanın kağıt hamuruna kuru kıvam verici olarak eklenmesidir. Benzer şekilde sentetik kuru ve ıslak kıvam vericiler örn. katyonik veya anyonik bazda kullanılmaktadır. Bununla birlikte çoğu durumda ilave miktar ve ilavenin etkisi sınırlıdır. Aynı ölçüde dolgudaki artıstan kaynaklanan güç kaybı açısından dengeleyici etkisi de ve bununla birlikte her zaman gerçekleştirilebilir dolgu artışında sınırlıdır. Bunun dışında tüm dayanıklılık özellikleri aynı ölçüde artmaz ve bazı durumlarda sadece kuru kıvam vericinin kullanılmasıyla yetersiz bir şekilde artar. Bunun için önemli bir örnek nişasta veya sentetik kuru kıvam vericinin eklenmesi ile diğer dayanıklılık parametrelerine oranla sadece az miktarda etkilenecek daha fazla yalıtım işlemidir. Buna karşın kağıt içindeki dolgu maddesi miktarının artması genel olarak daha fazla yalıtım işlemi üzerinde çok güçlü olumsuz bir etkiye sahiptir

Diğer önemli özellikler kağıdın kalınlığı ve katlılığıdır. Dolgu maddesi miktarının artmasıyla aynı gramajdaki kağıda kağıt yoğunluğunun artmasına ve kağıt tabakasının kalınlığının azalmasına yol açar. Sonucusu kağıt katlılığının önemli derecede azalmasına yol açmaktadır. Kağıt katlılığının bu azalışı bir çok durumda sadece kuru kıvam vericilerin katılmasıyla dengelenemez. Genellikle, perdah makinelerinde, haddelerde pres bölümünde veya kağıt makinesinin kurutma bölümünde mekanik basıncı azaltmak gibi ek önlemler gereklidir. Sonucusu dolgu maddesinin artışıyla kalınlık kaybını tamamen veya kısmen dengeler.

WO-A-03/074786 numaralı patent dokümanında en az kısmen polimerler kaplanmış ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçları açılmaktadır. Bu polimerlerde kağıt boyama maddeleri için cam geçiş sıcaklıkları -40 ila +50°C aralığında ve tercihen 6°C'nin altında bulunan bağlayıcı maddeler söz konusudur. Örneklerde bahsedilen örneklerde kullanılan bağlayıcı madde 5°C cam geçiş sıcaklığına sahiptir.

Dosya numarası 08159619.9 olan yayımlanmamış Avrupa patent başvurusundan -5 ila -50°C aralığında cam geçiş sıcaklığına sahip anyonik kafesler ile kaplanmış ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçları bilinmektedir.

Dosya numarası 08159631.4 olan aynı şekilde yayımlanmamış Avrupa patent başvurusunda en az bir fosfonik asit ve/veya fosforik asit grupları içeren monomeri polimerize edilmiş olarak içeren anyonik kafesler ile kaplanmış ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçları açılmaktadır

WO 03/087472 A1 numaralı patent dokümanı kağıt üretiminde kullanmak amacıyla sulu bir taşıyıcı madde içinde şişmiş nişasta tanelerini ve bir lateksi içeren bir bileşimi açıklamaktadır. Dolgu maddesi içeren kağıtların üretimi için en az kısmen polimerler ile kaplanmış ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçlarının hazırlanması için ve burada kağıtlar için katyonik kıvam vericilerin bulunmaması durumunda sulu bulamacın sulu dispersiyon halindeki bir polimer tutkal maddesi ile karıştırıldığı bir yöntem DE 198 21 089 A1 numaralı patent dokümanında açıklanmaktadır. WO 2005/012637 A1 patent dokümanı en az ince taneli bir dolgu maddesini ve en suda çözünür bir kopolimeri içeren sulu bir bileşim ile ilgilidir.

10 Buluşun amacı ince taneli dolgu maddelerinin kağıt üretiminde bilinen bulamaçlara göre daha iyileştirilmiş bir yapıya uzunluğuna ve baskı yapılılabilmek olanağına sahip kağıtların ortaya çıkması başka sulu bulamaçların sağlanması dayanmaktadır. Bunun dışında buluşa göre yöntemine göre üretilmiş kağıtlar yüksek bir dolgu maddesi miktarına ve yüksek bir kuru dirence sahip olmalıdır.

15

Buluşa göre en az kısmen anyonik kafesler ile kaplanmış ince taneli dolgu maddelerini sulu bulamaçlarla çözümlenen amaç, bulamaçların ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçları, en az bir fosfonik asit grubu ve/veya bir fosforik ait grubu içeren bir monomerin polimerize edilmesi ile elde edilen en az bir anyonik bir lateksi ve 1 000 ila 65 000 aralığında ortalama bir moleküler ağırlığa sahip en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu bir dispersiyon ile işleme tabi tutularak elde edilmesi ile karakterize edilmektedir.

20

Buluşa göre sulu bulamaçlar ince taneli bir dolgu maddesinin örneğin ağırlık cinsinden %1 ila 70'ini, tercihen ağırlık cinsinden %5 ila 50'sini, özellikle tercihen ağırlık cinsinden %10 ila 40'ini içerirler. En az bir anyonik kafesi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu dispersiyonun miktarı dolgu maddesi bazında sulu dispersiyonun katı içeriği olarak örneğin ağırlık %0,01 ila 10'u aralığında, tercihen ağırlık %0,1 ila 5'i aralığında, özellikle tercihen ağırlık %0,2 ila 3'ü aralığında bir değer taşımaktadır. Bu arada anyonik kafesin bozunmuş nişastaya oranı örneğin 30 : 1 ila 1 : 1 oranı aralığında, tercihen 10 : 1 ila 1 : 1 oranı aralığında ve özellikle tercihen 5 : 1 ila 1 : 1 oranı aralığında bir değer taşımaktadır.

30

Buluşun konusu bunun dışında sulu bulamaçların hazırlanmasına ait bir yöntemdir, burada en az ince taneli bir dolgu maddesinin sulu bir bulamacına en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu bir dispersiyonun dolgu maddesi bazında dispersiyonun katı madde oranı ağırlık cinsinden %0,01 ila 10 arasında olan bir miktar katı veya en az

35

ince taneli bir dolgu maddesinin sulu bulamacı en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu bir dispersiyonun içine katkı ve bileşenler birbirine karıştırılır

5 Buluşun diğer bir konusu kağıt maddesine katkı maddesi olarak dolgu maddesi içeren kağıt, dolgu maddesi içeren kartonun veya dolgu maddesi içeren mukavvanın üretiminde kağıt maddesinin susuzlaştırılarak elde edilen kurutma direncine sahip yukarıda açıklanan bulamacı kullanılmasıdır

10 Mevcut buluş çerçevesinde lateks kavramından tercihen dispersiyonlar veya emülsiyonlar şeklinde kullanılacak suda çözünmeyen homo polimerler veya kopolimerler anlaşılmalıdır

Mevcut buluş çerçevesinde bozunmuş nişasta kavramından 1 000 ila 65 000 aralığında ortalamam moleküler ağırlığa (Mw) sahip nişastalar anlaşılmalıdır

15 Lateks tercihen ağaç cinsinden en az %40, tercihen ağaç cinsinden en az %60, özellikle tercihen ağaç cinsinden en az %80 oranında bu türlü ana monomerlerden (a) oluşmaktadır

20 Ana monomerler (a) C₁-C₂₀-alkil(met)akrilatlardan, 20 C-atomuna kadar içeren karboksilik asitlerin vinil esterlerinden, 20 C-atomuna kadar içeren vinil aromatlardan, etilenik açıdan doymamış nitrillerden, vinil halojenürlerden, 1 ila 10 arası C-atomu içeren alkollerin vinil eterlerinden, 2 ila 8 arası C-atomu içeren alifatik hidrokarbonlardan ve bu monomerlerin bir ve ya iki çift bağlantılarından veya karışımlarından seçilmektedir.

25 Örn. metil metakrilat, metil akrilat, n-bütül akrilat, izo bütül akrilat, etil akrilat ve 2-etil heksil akrilat gibi bir C₁-C₁₀-alkil radikaline sahip bir (met)akrilik asit alkil esterden bahsedilmelidir.

Özellikle (met)akrilik asit alkil esterin karışımlarında uygundur.

30 1 ila 20 arasında C-atomuna sahip karboksilik asitlerin vinil esterleri örn. vinil laurat, vinil stearat, vinil propionat, versatik asit vinil ester ve vinil asetat

20'ye kadar C-atomuna sahip vinil aromatik bileşikler olarak vinil toluen, α-metil stiren ve p-metil stiren, α-bütül stiren, 4-n-bütül stiren, 4-n-desil stiren ve tercihen stiren dikkate alınır
Etilenik açıdan doymamış nitrillere örnekler akril nitril ve metakril nitrildir

35

Vinil halojenürler klor, flor veya brom ile ikame edilmiş etilenik açıldan doymamış bileşikler, tercihen vinil klorür ve vinil iden klorürdür.

1 ila 10 arasındakı atomunu içeren alkollerin vitil eterleri olarak örn. vinil metil eter veya vinil izo
5 bütıl eter sayılabilir. Tercih edilenler 1 ila 4 arasındakı C-atomu içeren alkollerin vinil eterleridir.

2 ila 8 arasındakı C-atomlarına sahip alifatik hidrokarbonlar ve bir veya iki olefinik çift bağlantılar olarak etilen, propilen, bütadiyen, izopren ve kloropren sayılabilir.

10 Tercih edilen ana monomerler (a), C₁-C₂₀-alkil (met)akrilatlar ve alkil (met)akrilatların vinil aromatlar ile özellikle stiren ile karışımları (özetle poli akrilat-lateks olarak da tanımlanır) veya 2 çift bağlantılı hidrokarbonlar, özellikle bütadiyen veya bu türlü hidrokarbonların vinil aromatlar, özellikle stiren ile karışımları (özetle poli bütadiyenlateks olarak da tanımlanır).

15 Lateks, ana monomerlerin (a) yanında başka monomerler de (b) içerebilir, örn. hidroksil grupları içeren monomerler, özellikle C₁-C₁₀-hidroksi alkil (met)akrilatlar ve alkoksi gruplarına sahip monomerler, özellikle hidroksil içeren monomerlerin alkoksitlerle alkoksillenmesiyle elde edildiği gibi hidroksi gruplarının alkoksilasyonu ile elde edilen alkoksitlere sahip monomerler, özellikle etilen oksit veya propilen oksit içerebilir.

20 Diğer monomerler (b) en az iki, tercihen 2 ila 6 arasındakı, özellikle 2 ila 4 arasındakı, daha özellikle tercihen 2 ila 3 arasındakı ve özellikle 2 radikal biçimde polimerleşebilen çift bağlara sahip bileşiklerdir. Bu türlü bileşikler ayrıca çapraz bağlayıcılar olarak da adlandırılır.

25 Bu arada çapraz bağlayıcıların (b) radikal biçimde polimerleşebilen en az iki çift bağ (met)akril gruplarından, vinil eter gruplarından, vinil ester gruplarından, alil eter gruplarından ve alil ester gruplarından oluşan gruplardan seçilmiş olabilir. Çapraz bağlayıcıların (b) için örnekler; 1,2-etandiol di(met)akrilat, 1,3-propan diol di(met)akrilat, 1,2-propan diol di(met)akrilat, 1,4-bütandiol di(met)akrilat, 1,6-heksan diol di(met)akrilat, neo pentil glikol di(met)akrilat, trimetilol propan triol di(met)akrilat, penta eritrit tetra(met)akrilat, 1,4-bütan diol divinil eter, 1,6-heksan diol divinil eter, 1,4-siklo heksan-diol divinil eter, divinil benzen, alil akrilat, alil metakrilat, metalil akrilat, metalil metakrilat, (met)akrilik asit büt-3-en-2-il ester, (met)akrilik asit büt-2-en-1-il ester, (met)akrilik asit 3-metil-büt-2-en-1-il ester, geraniollü, sitronelollü (met)akrilik asitin esterleri, tarçın alkol, gliserin mono alileter veya
30 gliserin dialileter, trimetilol propan mono alileter veya trimetilol propan dialileter, etilen glikol
35

mono alileter, dietilen glikol mono alileter, propilen glikol mono alileter, dipropilen glikol mono alileter, 1,3-propan diol mono alileter, 1,4-bütan diol mono alileter ve de ayrıca itakonik asit dialil esterdir, alil akrilat, divinil benzen, 1,4-bütan diol diakrilat ve 1,6-heksan diol diakrilat tercih edilir.

5

Bunun dışında anyonik kafes başka monomerleri (c) örn. karboksilik asit gruplarına sahip monomerleri, bunların tuzları veya anhidritlerini içerebilir. Örneğin itakonik asit, maleik asit ya da fumarik asit ve akonitik asit sayılabilir. Lateks içindeki etilenik açıldan doymamış asitlerin miktarı ağırlık cinsinden %10'dan azdır. Bu monomerlerin (c) oranı örneğin ağırlık cinsinden en az %1, tercihen en az %2 ve özellikle tercihen en az %3 değerindedir. Latekslerin asit grupları gerektiğinde daha sonraki uygulamadan önce en az kısmen nötralize edilebilir. Asit grupları tercihen mol cinsinden en az %30'u, özellikle tercihen mol cinsinden %50 ila 100 arasında nötralize edilir. Uygun bazlar amonyak gibi uçucu bazlar ve alkali hidroksitler gibi uçucu olmayan bazlardır özellikle sodyum hidroksittir (kostik soda).

15

Mevcut buluşun bir birinci yapılandırılmada yukarıda bahsedilen monomerlerden oluşan anyonik kafes -50 ile +50°C arasında, tercihen -50 ile +10°C arasında, özellikle tercihen -40 ile +5°C arasında ve daha özellikle tercihen -30 ile 0°C arasında bir cam geçiş sıcaklığında sahiptir.

20

Cam geçiş sıcaklığı (T_g) uzman kişi tarafından genellikle bilinmektedir. Bununla cam geçiş sıcaklığının sınırlı değeri kastedilir. G. Kanig'e göre, artan moleküler ağırlıkla buna meyillidir (Kolloid Dergisi & Polimerler Dergisi Fasikül 190, Sayfa 1, Denklem 1). Cam geçiş sıcaklığı DSC yöntemine (Differential Scanning Calorimetry, Diferansiyel Taramalı Kalorimetre 20 K/dak., orta nokta ölçümü, DIN 53765) göre tespit edilmektedir.

25

Fox'a göre (T. G. Fox, Bull. Am. Phys. Soc. 1956 [Ser. II] 1, Sayfa 123 ve Ullmann Teknik Kimya Ansiklopedisi, Cilt 19, Sayfa 18, 4. Baskı Verlag Chemie, Weinheim, 1980) iyi bir yaklaşımla en zayıf çapraz bağlanmış karışım polimerlerinde cam geçiş sıcaklığı için aşağıdaki geçerlidir;

30

$$1/T_g = x^1/T_g^1 + x^2/T_g^2 + \dots x^n/T_g^n,$$

burada x^1, x^2, \dots, x^n değerleri 1, 2, n monomerlerinin kütle kısımları $T_g^1, T_g^2, \dots, T_g^n$ değerleri her biri sadece 1, 2, n monomerlerinden birinden yapılandırılmış polimerlerin

Grad Kelvin olarak cam geçiş sıcaklıklarını tanımlayan Monomerlerin çoğunun homo polimerlerinin T_g değerleri bilinmektedir ve örn. Ullmann Teknik Kimya Ansiklopedisinde listelenmiştir (Cilt 5, Fasikül A21, Sayfa 169, VCH Weinheim, 1992). Homo polimerlerinin cam geçiş sıcaklıklarına ait diğer kaynaklar örn. J. Brandrup, E. H. Immergut, Polimer Handbook, 1.baskı J. Wiley, New York, 1966, 2'inci baskı J. Wiley, New York, 1975, ve 3'üncü baskı J. Wiley, New York, 1989 oluşturmaktadır

Monomerlerin seçimi ile uygun cam geçiş sıcaklıklarına sahip anyonik kafeslerin nasıl elde edileceği uzman kişi tarafından yukarıda belirtilen literatür yardımı ile bilinir.

10 Mevcut buluşun bir yapılandırılmasında anyonik kafes yukarıda bahsedilen monomerlerin yanında en azından bir fosfonik asit grubu ve/veya fosforik asit grubu içeren bir monomeri polimerize edilmiş olarak içermektedir, burada hem serbest bir asit grubuna sahip monomerler, hem de bunların tuzları, esterler ve/veya anhidritler söz konusudur.

15 Tercihen isteğe bağlı olarak mono alkoksillenmiş fosfonik ve/veya fosforik asitlere sahip mono etilenik açıdan doymamış C_3 - C_8 -karboksilik asitlerin esterleştirilmesi ile elde edilebilen fosfonik asit grubu ve/veya fosforik asit grubu içeren monomerler kullanılır. Özellikle tercihen gerektiğinde mono alkoksillenmiş fosfonik asit grupları ve/veya fosforik asit grupları içeren ve

20 mono etilenik açıdan doymamış C_3 - C_8 -karboksilik asitlerin aşağıdaki genel formül (I)'in genellikle mono alkoksillenmiş fosfonik asitleri ile esterleştirilmesi ile elde edilebilen monomerleridir



25 burada

X düz zincirli veya dallanmış bir C_2 - C_6 -alkilen oksit ünitesini ve n 0 ila 20 arasında bir tam sayı ifade etmektedir

30 Tercihen formül (I)'in, içinde (X)'in düz zincirli veya dallanmış bir C_2 - C_6 -alkilen oksit ünitesi ve (n)'nin 5 ila 15 arasında bir tam sayı olduğu mono alkoksillenmiş fosfonik asitler kullanılır (X)'te özellikle tercihen bir etilen oksit ünitesi veya bir propilen oksit ünitesi, özellikle tercihen propilen oksit ünitesi söz konusudur.

35

Doğal olarak formül (I)'in gerektiğinde farklı mono alkoksillenmiş fosfonik asitlerinin ve gerektiğinde farklı mono alkoksillenmiş fosforik asitlerinin belirli karışımlarda monoetilenik açıldan doymamış C₃-C₈-karboksilik asit ile esterlenmesi için kullanılabilir. Tercihen formül (I)'in mono alkoksillenmiş fosforik asitlerinin aynı kilen oksit ünitesini, tercihen propilen oksit içeren, bununla birlikte farklı bir alkoksillenme derecesine, tercihen propoksileştirme derecesine sahip karışımlar kullanılabilir. Mono alkoksillenmiş fosforik asitlerin özellikle tercih edilen karışımlar 5 ila 15 arasında ünite propilen oksit içerirler, yani (n) 5 ila 15 arasında bir tam sayıdır.

10 Fosfonik asit grupları ve/veya fosforik asit grupları içeren monomerlerin üretimi için 3 ile 8 C-atomuna sahip mono etilenik açıldan doymamış karboksilik asitler yukarıda bahsedilen gerektiğinde mono alkoksillenmiş fosfonik asitler ve/veya fosforik asitler ile, genel formül (I)'in tercihen gerektiğinde mono alkoksillenmiş fosforik asitleri esterlenirler. Bu türlü mono etilenik açıldan doymamış C₃-C₈-karboksilik asitler örneğin akrilik asit, metakrilik asit, dimetil 15 akrilik asit, etakrilik asit, maleik asit, sitrakonik asit, metil malonik asit, krotonik asit, fumarik asit, mesakonik asit ve ikonik asittir. Tercihen akrilik asit ve metakrilik asit kullanılmaktadır.

Doğal olarak mono etilenik açıldan doymamış C₃-C₈-karboksilik asitlerin karışımlarda gerektiğinde mono alkoksillenmiş fosfonik asitler ve/veya fosforik asitler ile, genel formül 20 (I)'in tercihen gerektiğinde mono alkoksillenmiş fosforik asitleri ile esterlenmesi için kullanılabilirler. Bununla birlikte sadece bir mono etilenik açıldan doymamış karboksilik asit, örneğin akrilik asit veya metakrilik asit kullanılmaktadır.

Bu ikinci yapılandırılan tercihen kullanılan anyonik kafesleri örneğin

25

(1)stirenin ve/veya akril nitrilin veya metakril nitrilin,

(2)C₁- ila C₁₀-arası alkollerin akrilik asit esterlerinin ve/veya metakrilik asit esterlerinin ve gerektiğinde

(3)akrilik asitin, metakrilik asitin, maleik asitin ve/veya itakonik asitin ve

30

(4) Formül (I)'in gerektiğinde mono alkoksillenmiş fosforik asitlerin (met)akrilik asit esterlerinin sulu dispersiyonları burada (X) ve (n) daha önce bahsedilen anlama sahiptir.

Anyonik kafeslerin sulu dispersiyonları özellikle tercihen

35

(1)stirenden ve/veya akril nitrilden,

(2) C_1 - ila C_4 - arasındaki alkollerin akrilik asit esterlerinden ve gerektiğinde

(3)akrilik asitten ve

(4)Formül (I)'in mono alkoksillenmiş fosforik asitlerinin (met)akrilik asit esterlerindedir,

5 burada (X) bir propilen oksit ünitesi ve (n) 5 ila 15 arasında bir tam sayıdır

Örneğin bu türlü özellikle tercih edilen poli akrilat lateksler aşağıdaki cinsinden %2 ila 25 arasında stiren, aşağıdaki cinsinden %2 ila 25 arasında akril nitril, aşağıdaki cinsinden %50 ila 95 arasında C_1 - C_4 -alkil akrilatlar, tercihen n-bütillakrilat, izo bütillakrilat ve/veya tert bütillakrilat gibi C_4 -akrilatlar 10 aşağıdaki cinsinden %0 ila 5 arasında akrilik asit ve aşağıdaki cinsinden %0,1 ila 5 arasında Formül (I)'in mono alkoksillenmiş fosforik asitlerinin (met)akrilik asit ester içerirler, burada (X) bir propilen oksit ünitesi ve (n) 5 ila 15 arasında bir tam sayıdır

İkinci yapılandırılan anyonik kafeslerinin (DSC vasıtasıyla ölçülmüş) cam geçiş sıcaklığı 15 genellikle -40 ila +50°C aralığında bulunur. Tercihen -20 ila +20°C arasında, özellikle tercihen -10 ila +10°C arasında bir cam geçiş sıcaklığına sahip anyonik kafesler ince taneli dolgu maddelerinin buluşa göre sulu bulamaçlarında kullanılır

Anyonik kafeslerin üretimi daha önce bahsedilen iki yapılandırmadan bağımsız olarak 20 genellikle emülsiyon polimerizasyonu ile gerçekleşmektedir, bu nedenle bir emülsiyon polimeri söz konusudur. Sulu polimer dispersiyonlarındaki radikal emülsiyon polimerizasyonu yöntemine göre üretimi bilinmektedir (bkz. Houben-Weyl, Organik Kimya Metotları Cilt XIV, Makro moleküler Maddeler, loc. cit., Sayfa 133ff).

25 Latekslerin üretimine ait emülsiyon polimerizasyonunda iyonik ve/veya iyonik olmayan emülgatörler ve/veya koruyucu kolloidler ya da stabilizatörler sıcak bölgeleri aktif bileşikler olarak kullanılmaktadır. Sıcak bölgeleri aktif madde genellikle polimerize edilen monomerler bazında aşağıdaki cinsinden %0,1 ila 10 arasında, özellikle aşağıdaki cinsinden %0,2 ila 3 arasında miktarlarda kullanılır

30 Kullanılan emülgatörler örn. Na-n-lauril sülfat gibi yüksek yağ alkolü sülfatlarındaki amonyum veya alkali metal tuzları, yağ alkolü fosfatları, etoksile edilmiş 3 ila 30 arasında bir etoksilasyon derecesine sahip C_8 - ila C_{10} - arasında alkil fenoller ve de etoksile edilmiş 5 ila 50 arasında bir etoksilasyon derecesine sahip C_8 - ila C_{25} - arasında yağ alkolleridir. İyonik 35 olmayan ve iyonik olan emülgatörlerin karışımlarında düşünülebilir. Ayrıca fosfat grupları veya

sülfat grupları içerikli, etoksile ve/veya propoksile edilmiş alkil fenoller ve/veya yağ alkollerini uygundur. Bunun dışındaki uygun emülgatörler Houben-Weyl, Organik Kimya Metotları Cilt XIV, Makro moleküler Maddeler, , Georg Thieme Yayınevi, Stuttgart, 1961 Sayfa 192 -209 arasında listelenmiştir.

5

Latekslerin üretimine ait emülsiyon polimerizasyonu için suda çözünür başlatıcılar örn. peroksit sülfürik asitin amonyum ve alkali metal tuzları örn. sodyum peroksosülfat, hidrojen peroksit veya organik peroksitler örn. tert bütül hidro peroksittir. Redoks oksidasyonu (Red-Ox) başlatıcı sistemleri denilen sistemler de uygundur.

10

Başlatıcıların miktarı genellikle polimerize edilecek monomerler bazında ağırlık cinsinden %0,1 ile 10 arasında, tercihen ağırlık cinsinden %0,5 ile 5 arasında bir değerdedir. Emülsiyon polimerizasyonunda bir çok farklı başlatıcıda kullanılan alan bulabilmektedir.

15

Emülsiyon polimerizasyonunda örn. polimerize edilecek monomerlerin ağırlık cinsinden 100 miktarı bazında ağırlık cinsinden 0 ile 3 arasında moleküler ağırlığı azaltılmasını sağlayan düzenleyiciler kullanılabilir. Örn. tert-bütül merkaptan, tiyo glikolik asit etil akril ester, merkaptan etinol, merkaptan propil trimetoksi silan veya tert-dodesil merkaptan gibi bir tiyol grubuna sahip veya tiyol grubu olmayan düzenleyicilere sahip bileşikler, özellikle terpinoller uygundur.

20

Latekslerin üretimine ait emülsiyon polimerizasyonu genellikle 30 ila 130°C arasında, tercihen 50 ila 100°C arasında gerçekleşmektedir. Polimerizasyon akışkanlığı hem sadece sudan hem de su ve metanol gibi bununla karışabilen sıvıların karışımlarından da oluşabilir. Tercihen sadece su kullanılmaktadır. Emülsiyon polimerizasyonu hem toplu işlem hem de kademe modu veya gradyan modu dahil besleme işlemi şeklinde gerçekleştirilebilir. Polimerizasyon başlangıç malzemesinin bir bölümünün eklendiği, polimerizasyon sıcaklığına ulaştırıldıktan sonra polimerize edildiği ve daha sonra polimerizasyon başlangıç malzemesinin geri kalanını, genellikle bir veya bir çoğunun monomerleri saf veya emülsifiye şekilde içerdiği çok sayıda hacimsel olarak ayrılmış besleme hatları üzerinden kesintisiz olarak, kademeli olarak veya polimerizasyon bölgesinin polimerizasyonunu koruyarak konsantrasyon gradyanını süper pozisyonu ile besleyen besleme yöntemi tercih edilmektedir. Polimerizasyonda örn. tanecik büyüklüğünün daha iyi ayarlanması için polimer tohumu da eklenebilir.

25

30

İçinde başlatıcıları radikal sulu emülsiyon polimerizasyonu esnasında polimerizasyon kabına

katı şekli ortalama uzman kişi tarafından bilinir. Hem polimerizasyon kabıçine tamamen katılabilir hem de tüketim miktarına göre radikal sulu emülsiyon polimerizasyonu esnasında kesintisiz veya kademeli olarak eklenebilir. Detay olarak bu başlangıç sisteminin kimyasal yapısına hem de polimerizasyon sıcaklığına bağlı olarak Tercihen bir kısmı katı ve kalanı polimerizasyon bölgesinin tüketim miktarına göre beslenir.

5

Artık monomerlerin ayrıştırılması genellikle esas emülsiyon polimerizasyonunun sona ermesinden sonra da, yani monomerlerin en az %95'inin dönüşümünden sonra başlatıcılar eklenebilir.

10

Bireysel bileşenler besleme yönteminde reaktöre yukarıdan, kenardan veya aşağıdan reaktör tabanından eklenebilir.

Kopolimerizasyonun sonunda lateks içinde bulunan asit gruplarına yine de en az kısmen nötralize edilebilir. Bu alkali metallerin veya toprak alkali metallerin oksitleri, hidroksitleri, karbonatlar veya bikarbonatlarla, tercihen örn. Li^+ , Na^+ , K^+ , Cs^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} veya Ba^{2+} gibi belirli bir veya bir çok karşıyonun bağlantılabileceği hidroksitler ile gerçekleştirilmektedir. Ayrıca nötralizasyon için amonyak veya aminler uygundur. Tercih edilenler sulu amonyum hidroksit, sodyum hidroksit veya potasyum hidroksit çözeltileridir.

20

Emülsiyon polimerizasyonunda latekslerin sulu dispersiyonları genellikle %15 ile 75 arasında, tercihen %40 ile 75 arasında katı madde içeriği içerirler.

Latekslerin partikül büyüklüğü tercihen 10 ila 1000 nm aralığında, özellikle tercihen 50 ila 300 nm aralığında (bir Malvern® Autosizer 2 C ile ölçüldü)

25

İnce taneli dolgu maddelerinin buluşa göre sulu bulamaçları bir dolgu maddesi bulamacı en az bir anyonik kafes ve en az bir bozunmuş nişasta içeren sulu bir dispersiyonu ile işleme tabi tutulması ile elde edilir. Daha önce açıklandığı gibi bozunmuş nişastalar 1 000 ile 65 000 arasında ortalama bir moleküler ağırlığa (Mw) sahiptir. Bozunmuş nişastaların ortalama bir moleküler ağırlıkları (Mw) uzman kişi tarafından bilinen metotlar ile, örn. bir çok açışık saçılım detektörünün kullanılması ile jel geçirgenlik kromatografisi vasıtasıyla kolaylıkla tespit edilebilir.

30

Bu türlü bir nişastayı elde etmek için her çeşit nişasta türlerinden, örn. doğal, anyonik,

35

katyonik veya amfoterik nişastadan faydalanılabilir. Nişasta örneğin; patateslerden, mısırdan, buğdaydan, pirinçten, tapyokadan, sorgumdan elde edilebilir veya mumlu mısır nişastas veya mumlu patates nişastas gibi ağaç cinsinden >%80, tercihen >%95 bir amilopektin içeriğine sahip olan mumlu nişastalar söz konusudur. Nişastalar anyonik ve/veya katyonik modifiye edilmiş, esterlenmiş, eterlenmiş ve/veya çapraz bağlantı olabilirler. Katyonize nişastalar tercih edilmektedir.

Nişastaların moleküler ağırlıkları (Mw) zaten 1 000 ile 65 000 aralığında bulunmuyorsa bir moleküler ağırlık bozulmasına maruz kalırlar. Moleküler ağırlık bozulması oksidatif, termal, asitolitik veya enzimatik yapılabilir. Bir nişastanın enzimatik ve/veya oksidatif olarak bozunduğu bir işlem tercih edilir. Bozunmuş nişastanın moleküler kütlesi (Mw) tercihen 2 500 ila 35 000 aralığında bulunur.

Anyonik veya katyonik nişastaların kullanımı özellikle tercih edilmektedir. Bu türlü nişastalar bilinmektedir. Anyonik nişastalara, örneğin doğal nişastaların oksidasyonu ile erişilebilir. Katyonik nişastalar örneğin doğal nişastanın 2,3 epoksi propil trimetil amonyum klorür gibi en az bir katyonize maddenin dönüşümü ile üretilir. Katyonize edilmiş nişastalar dördüncül amonyum grupları içerirler.

İkame edilmiş nişasta içindeki katyonik veya anyonik grupların pay ikame derecesinin (DS) yardımıyla verilmektedir. Örneğin 0,005 ila 1,0 arasında, tercihen 0,01 ila 0,4 arasında bir değerdedir.

Bozunmuş tek bir nişasta veya iki veya bir çok bozunmuş nişastadan karışımlar da kullanılabilir.

Özellikle tercih edilen bir şekilde bozunmuş nişasta olarak maltodekstrinler kullanılır. Mevcut buluş çerçevesinde maltodekstrinler nişastanın enzimatik bozulmasıyla elde edilen glikoz ünitelerinden oluşan ve bir dekstroz eşdeğerine sahip olan suda çözünen karbon hidratlardır.

İnce taneli dolgu maddesinin buluşa göre sulu bulamaçların üretimi için kullanılan en az anyonik bir lateks ve en az bozunmuş bir nişasta içeren sulu dispersiyonlar farklı şekillerde üretilebilirler. Örneğin bozunmuş nişasta katılabilir veya su içinde çözülmüş olarak anyonik bir lateksin sulu bir dispersiyonunun içine uygulanabilir ve karıştırılabilir. Alternatif olarak emülsiyon polimerizasyonu anyonik kafesin üretimi için bozunmuş nişastanın varlığında da

gerçekleşebilir.

5 En az anyonik bir lateks ve en az bozunmuş bir nişasta içeren sulu dispersiyonlar buluşa göre ince taneli dolgu maddelerinin işlenmesinde kullanılmaktadır. Dolgu maddeleri olarak genellikle kağıt endüstrisinde kullanılabilen inorganik malzemelerden tüm pigmentler gündeme gelir, örn. öğütülmüş kireç (GCC), tebeşir, mermer veya çöktürülmüş kalsiyum karbonat (PCC) formunda kullanılabilen kalsiyum karbonat ve talk, kaolin, bentonit, saten beyaz, kalsiyum sülfat, baryum sülfat veya titanyum dioksit gündeme gelir. İki veya daha fazla pigmentten oluşan karışımlar kullanılabilir, bununla birlikte tercihen tek pigment kullanılmaktadır. Ortalama parçacık çapı örneğin 0,5 ila 30 µm aralığında, tercihen 1 ile 10 µm arasında bulunmaktadır.

15 Mevcut buluşun diğer bir konusu ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçları üretimi için bir yöntemdir

20 Dolgu maddeleri örneğin su içine konularak sulu bir bulamaç haline getirilirler. Çöktürülmüş kalsiyum karbonat genellikle dispersiyon maddelerinin yokluğunda su içinde bulamaç haline getirilir. Diğer dolgu maddelerinin sulu bulamaçları üretmek için genel olarak anyonik bir dispersiyon maddesi, örn. 1 000 ila 40 000 arasında bir moleküler kütleye (Mw) sahip poliakrilik kullanılır. Anyonik bir dispersiyon maddesi kullanılsa, o zaman sulu dolgu maddesi bulamaçları üretimi için bundan örneğin ağacık cinsinden %0,01 ila 0,5 arasında, tercihen ağacık cinsinden %0,2 ila 0,3 arasında bir miktar kullanılır. Anyonik disperje maddelerinin varlığında su içinde disperje edilen ince taneli dolgu maddeleri anyoniktir. Sulu bulamaçlar özellikle tercihen ağacık cinsinden en az %10 ila 40 arasında bir dolgu maddesi içerirler.

25 İnce taneli dolgu maddesinin buluşa göre sulu bulamaçları üretimi için gerektiğinde anyonik disperje edilmiş ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçları en azından anyonik bir lateks ve en az bozunmuş bir nişasta içeren bir sulu dispersiyon ile işleme sokarlar. Örneğin en az ince taneli bir dolgu maddesinin ağacık cinsinden %1 ila 70 arasındaki miktarı içeren sulu bir bulamaç içine dolgu maddesi bazında sulu dispersiyonun katı madde miktarı olarak en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu bir dispersiyonun ağacık cinsinden %0,01 ila 10 arasındaki bir miktarı ilave edilir veya ince taneli bir dolgu maddesinin sulu bulamaç en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu bir dispersiyonunun içine verilir ve bileşenler birbiriyle karıştırılır. Aynı şekilde ince taneli bir dolgu maddesinin katı bir şekilde en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir

nişastayı içeren sulu bir dispersiyonunun içine sokulması mümkündür. İnce taneli dolgu maddelerinin en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu bir dispersiyon ile işleme tabi tutulması kesintisiz veya kesintili olarak gerçekleştirilebilir. İnce taneli dolgu maddelerinin anyonik lateksler ve bozunmuş bir nişastalar ile bir araya getirilmesinde dolgu maddeleri en az kısmen anyonik kafesler ile kaplanabilir veya empenye edilir. Bileşenlerin karıştırılması örneğin bir kesme alanında gerçekleştirilebilir. Çoğunlukla bileşenlerin bir araya getirilmesinden sonra karıştırılması veya bir ultra turraks cihazında bir kesme alanında işlem görmesi yeterlidir. Sulu bulamaçların bileşenlerinin bir araya getirilmesi ve karıştırılması örneğin 0 ila 95°C, tercihen 10 ila 70°C sıcaklık aralığında gerçekleştirilebilir. Çoğunlukla bileşenler ilgili oda sıcaklığında 40°C bir sıcaklığa kadar karıştırılır. Anyonik kafesler ile işlem gören dolgu maddelerinin sulu bulamaçlarının pH değeri 5 ila 11 arasında, tercihen 6 ila 9 arasında bir değerdedir, burada kalsiyum karbonat içeren bulamaçların pH değeri tercihen 6,5'tan fazladır.

İnce taneli dolgu maddelerinin buluşa göre sulu bulamaçlarında en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu bir dispersiyonun ile işlem görerek üretilmesi genel olarak oda sıcaklığında gerçekleşir. Bununla birlikte bazı durumlarda işlemi etkin beslenmesi ile gerçekleştirilmesi avantajlıdır. Örneğin ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçları en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu dispersiyonun katılması esaslarında en az 40°C'ye, tercihen en az 45°C'ye ve özellikle tercihen en az 50°C'ye stabil olabilir (her biri atmosfer basıncında). Ayrıca ince taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçlarında en azından bir anyonik lateks ve en azından bir bozunmuş nişasta içeren sulu dispersiyonun eklenmesinin öncesinde 40°C'ye, tercihen en az 45°C'ye ve özellikle tercihen en az 50°C'ye kadar olan bir sıcaklığa stabil olması (her biri atmosfer basıncında) mümkün olmaktadır. İnce taneli dolgu maddelerinin sulu bulamaçlarında stabil olması aktif bir stabilizasyon işlemi ile, yani enerjinin verilmesi ile gerçekleştirilebilir, ancak dolgu maddesi bulamaçlarında serbest kalan reaksiyon sıcaklığı ile de gerçekleştirilebilir. Alternatif olarak ince taneli dolgu maddelerinin bulamaçlarında en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren sulu dispersiyon ile işlem görmesi de oda sıcaklığında gerçekleştirilebilir, burada buluşa göre sulu bulamaçlarında en az 40°C'ye, tercihen en az 45°C'ye ve özellikle tercihen en az 50°C'ye stabil olması (her biri atmosfer basıncında) gerçekleşir. Aynı şekilde en az 40°C'ye, tercihen en az 45°C'ye ve özellikle tercihen en az 50°C'ye stabil olması (her biri atmosfer basıncında) en az anyonik bir lateksi ve en az bozunmuş bir nişastayı içeren dispersiyonun ince taneli dolgu maddelerinin oda sıcaklığında veya stabilizasyon sulu bir bulamaçlarında içine katılması da mümkündür. İlgili bileşenlerin stabilizasyonunda sulu bulamaç veya sulu dispersiyonun kaynama sıcaklığı (atmosfer

basında) doğal olarak aşınmalır

5 Özellikle çökeltilmiş kalsiyum karbonatın dispersiyon maddeleri içermeyen ve parçalı kalsiyum karbonattan veya mermerden 1 000 ila 15 000 arasında moleküler kütleyle sahip poli akrilik asitler gibi anyonik polimerik dispersiyon maddelerinin varlığında öğütülerek elde edilen öğütülmüş kalsiyum karbonattan üretilmiş sulu bulamaçlar tercih edilir.

10 Buluşun diğer bir konusu sulu bulamaçların dolgu madde içerikli kağıt, dolgu madde içerikli kartonun veya dolgu madde içerikli mukavvanın kağıt maddesinin sıvısının boşaltılması ile üretilmesinde kağıt maddesine katkı maddesi olarak kullanılmasıdır

15 Buluşa göre anyonik bir lateks ve bozunmuş bir nişasta ile işlem gören sulu pigment bulamaçların tüm dolgu madde içerikli kağıt kalitelerinin, örneğin gazete basımında SC kağıt (süper perdahlı kağıt), ahşap içermeyen veya ahşap içerikli yazı ve baskı kağıtların üretimi için kullanılabilir. Bu türlü kağıtların üretimi için örneğin ana hammadde bileşenleri olarak odun hamuru, termo-mekanik kağıt hamuru (TMP), kemo-termo-mekanik kağıt hamuru (CTMP), basıncı odun hamuru (PGW) ve sülfat ve sülfat hamuru kullanılmaktadır. Buluşa göre sulu bulamaçların kullanım sayesinde kağıt dolgu maddesi içeriği hemen hemen hiç değişmemiş dayanıklı özelliklerinde önemli derecede artabilir. Bu türlü kağıtlar düşük katı madde içeriğine sahip geleneksel kağıtlar ile karşılaştırılabilecek dayanıklı özelliklerine sahiptir.

25 İnce taneli dolgu maddelerinin buluşa göre sulu bulamacı kağıt üretiminde kağıt hamurunun bütünü oluşturmak için elyaf maddeye karıştırılarak katılması işlem gören dolgu maddelerinin ve elyaf maddelerinin yanarda malzemenin bütünü daha başka geleneksel kağıt katkıları içerebilir. Buna örneğin alkil keten dimerleri (AKD), alkenil süksinik anhidritler (ASA), reçine tutkalı lak katkı maddeler, sentetik polimerler bazı katyonik veya anyonik tutma maddeleri dahildir. Tutma maddeleri olarak örneğin anyonik mikro partiküller (kolloidal silika, bentonit), anyonik poli akril amidler, katyonik poli akril amidler, katyonik nişasta, katyonik poli etilen imin veya katyonik poli vinil amin gündeme gelir. Bunun dışında bunun belirli

30 kombinasyonlarda örneğin anyonik bir mikro partiküle sahip katyonik bir polimerden veya katyonik bir mikro partiküle sahip anyonik bir polimerden oluşan çiftli sistemler düşünülebilir. Yüksek bir dolgu maddesi tutunmasını sağlamak için örneğin kalın maddeye, ama aynı zamanda ince maddeye eklenebilecek bu türlü tutucu maddelerin eklenmesi tavsiye edilmektedir.

35

Buluş aşığında sınırlayıcı olmayan örneklerle daha ayrıntılı olarak açıklanacaktır

Örnekler

- 5 Örneklerdeki yüzde verileri aksi belirtilmediği sürece ağırlık yüzdesi cinsindedir.

Polimer 1

10 Ankraj karıştırıcı ile donatılmış 41- perdahlı kap içine 411,6 g demineralize su, 14,6 g polistiren tohumu (katı madde içeriği %33, ortalama tanecik büyüklüğü 29 nm) ve 1,4 g dodesil fenoksi benzen disülfonik asitin sodyum tuzunun ağırlık cinsinden %45'lik bir çözeltisi (Dowfax® 2A1, Dow Chemicals) ve de 15,4 g sodyum peroks disülfat ağırlık cinsinden %7'lik bir çözeltisi konuldu. Düzenlenmiş harici bir yağ banyosu vasıtasıyla reaksiyon kabı karıştırılarak 93°C'ye 15 iletildi. Sıcaklığa ulaşıldıktan sonra 534,4 g demineralize sudan, 22,4 g sodyum lauril sülfat ağırlık cinsinden %15'lik bir çözeltiden (Disponil® SDS 15, Cognis), 8 g dodesil fenoksi benzen disülfonik asitin sodyum tuzunun ağırlık cinsinden %45'lik bir çözeltisinden (Dowfax® 2A1, Dow Chemicals), 12 g sodyum hidroksitin ağırlık cinsinden %10'luk çözeltisinden, 35 g akrilik asitten, 168 g stirenden, 829 g n-bütil akrilattan ve 168 g akril nitrilden oluşan daha önce hazırlanmış monomer emülsiyon homojen olarak 20 dozajlandı. Buna paralel olarak sodyum peroksisülfatın ağırlık cinsinden %7 oranında 49,7 g'lık bir miktar eklenmiştir. Karıştırma, sıcaklığı sabit tutulması ile 45 dakika daha karıştırıldı. Daha sonra 93,6 g sodyum hidroksitin ağırlık cinsinden %10'luk bir çözeltisi eklendi ve reaksiyon içeriği 60°C'ye soğutuldu. Daha sonra paralel olarak a) 24 g tert-bütil hidroperoksitin ağırlık cinsinden %10'luk bir çözeltisinden ve b) 2,67 g sodyum disülfitten ve 25 1,62 g asetondan oluşan 33 g ek ürünü içeren ağırlık cinsinden %13'lük çözeltiden oluşan iki besleme 30 dakika boyunca dozajlandı. Reaktör içeriği oda sıcaklığına soğutuldu.

Ağırlık cinsinden %51 oranında bir katı maddeye sahip pratik olarak peltleşmeyen polimer dispersiyonu elde edildi. Polimer DSC vasıtasıyla ölçülen +5°C bir cam geçiş sıcaklığına 30 sahipti.

810 g demineralize suyun ilave edilmesi ile katı madde içeriği ağırlık cinsinden %30'a düştü. Daha sonra 404 g maltodekstrinin ağırlık cinsinden %30'luk bir çözeltisi (Cargill firması MD® 09015) ile karıştırıldı.

35

Elde edilen karışım ağrık cinsinden %30 bir katımadde içeriğine ve 6,5 bir pH değerine sahipti.

Polimer 2

5

Polimer 2 polimer 1'e benzer şekilde üretildi, bununla birlikte karışımında maltodekstrinin. (Cerestar firması Nişasta 019 S1) ağrık cinsinden %30 seyreltilmiş bir çözeltisi kullanıldı.

Polimer 3

10

Ankraj karışımı ile donatılmış 41- perdahlı kap içine 411,6 g demineralize su, 14,6 g polistiren tohumu (katımadde içeriği %33, ortalama tanecik büyüklüğü 29 nm) ve 1,4 g dodesil fenoksi benzen disülfonik asitin sodyum tuzunun ağrık cinsinden %45'lik bir çözeltisi (Dowfax® 2A1, Dow Chemicals) ve de 15,4 g sodyum peroks disülfat ağrık cinsinden %7'lik bir çözeltisi konuldu. Düzenlenmiş harici bir yağ banyosu vasıfı ile reaksiyon kabı karıştırılarak 93°C'ye sıcaklığa ulaşıldıktan sonra 534,4 g demineralize sudan, 22,4 g sodyum lauril sülfat ağrık cinsinden %15'lik bir çözeltiden (Disponil® SDS 15, Cognis), 8 g dodesil fenoksi benzen disülfonik asitin sodyum tuzunun ağrık cinsinden %45'lik bir çözeltisinden (Dowfax® 2A1, Dow Chemicals), 12 g sodyum hidroksitin ağrık %10'luk çözeltisinden, 36 g akrilik asitten, 60 g stirenden, 1044 g n-bütül akrilattan ve 60 g akril nitriden oluşan daha önce hazırlanmış monomer emülsiyon homojen olarak 2 saat boyunca dozajlandı. Buna paralel olarak sodyum peroksisülfat ağrık cinsinden %7 oranında 49,8 g'lık bir miktar eklendi. Karışım, sıcaklığı sabit tutulması ile 45 dakika daha karıştırıldı. Daha sonra 93,6 g sodyum hidroksitin ağrık cinsinden %10'luk bir çözeltisi eklendi ve reaksiyon içeriği 60°C'ye soğutuldu. Daha sonra paralel olarak a) 24 g tert-bütül hidroperoksitin ağrık cinsinden %10'luk bir çözeltisinden ve b) 2,67 g sodyum disülfitten ve 1,62 g asetondan oluşan 33 g ek ürünü içeren ağrık cinsinden %13'lük çözeltiden oluşan iki besleme dozajlandı. Reaktör içeriği oda sıcaklığına soğutuldu.

30 Ağrık cinsinden %50 oranında bir katımaddeye sahip pratik olarak pütürleşmeyen polimer dispersiyonu elde edildi. Polimer DSC vasıfı ile ölçülen -25°C bir cam geçiş sıcaklığına sahipti.

810 g demineralize suyun ilave edilmesi ile katımadde içeriği ağrık cinsinden %30'a düştü. 35 Daha sonra 404 g maltodekstrinin ağrık cinsinden %30'luk bir çözeltisi (Cargill firması MD®

09015) ile karıştırıldı.

Elde edilen karışım ağaçk cinsinden %30 bir katımadde içeriğine ve 6,4 bir pH değerine sahipti.

5

Polimer 4

Ankraj karıştırıcı ile donatılmış 41- perdahlı kap içine 340,8 g demineralize su, 14,6 g polistiren tohumu (katımadde içeriği %33, ortalama tanecik büyüklüğü 29 nm) ve 1,4 g dodesil fenoksi benzen disülfonik asitin sodyum tuzunun ağaçk cinsinden %45'lik bir çözeltisi (Dowfax® 2A1, Dow Chemicals) ve de 15,4 g sodyum peroks disülfat ağaçk cinsinden %7'lik bir çözeltisi konuldu. Düzenlenmiş harici bir yağ banyosu vasıtasıyla reaksiyon kabı karıştırılarak 93°C'ye ısıtılarak sıcaklığa ulaşıldıktan sonra 483,6 g demineralize sudan, 22,4 g sodyum lauril sülfat ağaçk cinsinden %15'lik bir çözeltiden (Disponil® SDS 15, Cognis), 8 g dodesil fenoksi benzen disülfonik asitin sodyum tuzunun ağaçk cinsinden %45'lik bir çözeltisinden (Dowfax® 2A1, Dow Chemicals), 12 g sodyum hidroksitin ağaçk %10'lük çözeltisinden, 12 g son olarak fosforik asit ile esterlenmiş oligo propilen oksite (Sipomer® PAM 200: $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{-COO-(CH}_2\text{CH(CH}_3\text{)O)}_{8-10}\text{-P(O)(OH)}_2$, Rhodia) sahip bir metakrilik asit esterden, 24 g akrilik asitten, 168 g stirenden, 828 g n-bütül akrilattan ve 168 g akril nitrilden oluşan daha önce hazırlanmış monomer emülsiyon homojen olarak 2 saat 45 dakika dozajlandı. Buna paralel olarak sodyum peroks disülfatın %4'lük bir çözeltisinden 87 g ilave edildi. Karışım, sıcaklığı sabit tutulmasıyla 45 dakika daha karıştırıldı. Daha sonra 62,4 g sodyum hidroksitin ağaçk cinsinden %10'lük bir çözeltisi eklendi ve reaksiyon içeriği 60°C'ye soğutuldu. Daha sonra paralel olarak a) 80 g tert-bütül hidro peroksitin ağaçk cinsinden %3'lük bir çözeltisinden ve b) 2,67 g sodyum disülfitten ve 1,62 g asetondan oluşan ek ürünü içeren ağaçk cinsinden %13'lük çözeltinin 33 g'ına sahip 53,4 g demineralize sudan oluşan iki besleme 30 dakika boyunca dozajlandı. Reaktör içeriği oda sıcaklığına soğutuldu.

Ağaçk cinsinden %50 oranında bir katımaddeye sahip pratik olarak pütürleşmeyen polimer dispersiyonu elde edildi. Polimer DSC vasıtasıyla ölçülen +4°C bir cam geçiş sıcaklığına sahipti.

810 g demineralize suyun ilave edilmesi ile katımadde içeriği ağaçk cinsinden %30'a düştü. Daha sonra 404 g maltodekstrinin ağaçk cinsinden %30'luk bir çözeltisi (Cargill firması, MD® 09015) ile karıştırıldı.

35

Elde edilen karışım ağulık cinsinden %30 bir katımadde içeriğine ve 6,5 bir pH değerine ve dinamik ışık saçılımı ile (Malvern HPPS) ölçülmüş 137 nm parçacık büyüklüğüne sahipti.

5 Polimer 5

Ankraj karıştırıcı ile donatılmış 41- perdahlı kap içine 1064,6 g demineralize su, 7,2 g polistiren tohumu (katımadde içeriği %33, ortalama tanecik büyüklüğü 29 nm) ve 0,6 g dodesil fenoksi benzen disülfonik asitin sodyum tuzunun ağulık cinsinden %45'lik bir çözeltisi (Dowfax® 2A1, Dow Chemicals) ve 240,0 g maltodekstrin (Cargill firması MD® 09015) ve de 7,8 g sodyum peroks disülfat ağulık cinsinden %7'lik bir çözeltisi konuldu. Düzenlenmiş harici bir yağ banyosu vasıtasıyla reaksiyon kabı karıştırılarak 93°C'ye ısıtılarak sıcaklığa ulaşıldıktan sonra 267,2 g demineralize sudan, 11,2 g sodyum lauril sülfat ağulık cinsinden %15'lik bir çözeltiden (Disponil® SDS 15, Cognis), 4 g dodesil fenoksi benzen disülfonik asitin sodyum tuzunun ağulık cinsinden %45'lik bir çözeltisinden (Dowfax® 2A1, Dow Chemicals), 6 g sodyum hidroksitin ağulık cinsinden %10'luk çözeltisinden, 18 g akrilik asitten, 84 g stirenden, 414 g n-bütül akrilattan ve 84 g akril nitrilden oluşan daha önce hazırlanmış monomer emülsiyon homojen olarak 2 saat boyunca dozajlandı. Buna paralel olarak 2,5 saat boyunca sodyum peroks disülfatın %2,5'lik bir çözeltisinden 34,8 g ilave edildi. Karışım, sıcaklığı sabit tutulması ile 45 dakika daha karıştırıldı. Daha sonra 46,8 g sodyum hidroksitin ağulık cinsinden %10'luk bir çözeltisi eklendi ve reaksiyon içeriği 60°C'ye soğutuldu. Daha sonra paralel olarak a) 30 g tert-bütül hidroperoksitin ağulık cinsinden %2'lik bir çözeltisinden ve b) 2,67 g sodyum disülfitten ve 1,62 g asetondan oluşan ek ürünü içeren ağulık cinsinden %13'lük çözeltinin 16,4 g'ına sahip 55,6 g demineralize sudan oluşan iki besleme 30 dakika boyunca dozajlandı. Reaktör içeriği oda sıcaklığına soğutuldu.

Ağulık cinsinden %29,3 oranında bir katımaddeye ve 6,1 bir pH değerine sahip pratik olarak pıhtılaşmayan polimer dispersiyonu elde edildi. Polimer DSC vasıtasıyla ölçülen +5°C bir cam geçiş sıcaklığına sahipti. Dinamik ışık saçılımı ile (Malvern HPPS) ölçülmüş parçacık büyüklüğü 149 nm idi

Karşılaştırma polimeri 1

Ankraj karıştırıcı ile donatılmış 41- perdahlı kap içine 411,7 g demineralize su, 14,5 g polistiren tohumu (katımadde içeriği %33, ortalama tanecik büyüklüğü 29 nm) ve 1,4 g dodesil

fenoksi benzen disülfonik asitin sodyum tuzunun ağırık cinsinden %45'lik bir çözeltisi (Dowfax® 2A1, Dow Chemicals) ve 15,4 g sodyum peroks disülfat ağırık cinsinden %7'lik bir çözeltisi konuldu. Düzenlenmiş harici bir yağ banyosu vasıtasıyla reaksiyon kabı karıştırılarak 93°C'ye ısıtılarak ulaşıldıktan sonra 534,2 g demineralize sudan, 22,4 g sodyum lauril sülfat ağırık cinsinden %15'lik bir çözeltiden (Disponil® SDS 15, Cognis), 8 g dodesil fenoksi benzen disülfonik asitin sodyum tuzunun ağırık cinsinden %45'lik bir çözeltisinden (Dowfax® 2A1, Dow Chemicals), 12 g sodyum hidroksitin ağırık cinsinden %10'luk çözeltisinden, 36 g akrilik asitten, 60 g stirenden, 1044 g n-bütil akrilattan ve 60 g akril nitrilden oluşan daha önce hazırlanmış monomer emülsiyon homojen olarak 2 saat boyunca dozajlandı. Buna paralel olarak sodyum peroks disülfatın ağırık cinsinden %7'lik bir çözeltisinden 49,7 g ilave edildi. Karıştırma, sıcaklığı sabit tutulmasıyla 45 dakika daha karıştırıldı. Daha sonra 93,6 g sodyum hidroksitin ağırık cinsinden %10'luk bir çözeltisi eklendi ve reaksiyon içeriği 60°C'ye soğutuldu. Daha sonra paralel olarak a) 24 g tert-bütil hidroperoksin ağırık cinsinden %10'luk bir çözeltisinden ve b) 2,67 g sodyum disülfitten ve 1,62 g asetonan oluşan ek ürünü içeren ağırık cinsinden %13'lük çözeltinin 33 g'ına sahip çözeltiden oluşan iki besleme 30 dakika boyunca dozajlandı. Reaktör içeriği oda sıcaklığında soğutuldu.

Ağırık cinsinden %50,2 oranında bir katı maddeye, 7,5 bir pH değerine ve dinamik ışık saçılmasıyla (Malvern HPPS) ölçülmüş 172 nm parçacık büyüklüğüne sahip pratik olarak pıhtılaşmayan polimer dispersiyonu elde edildi. Polimer DSC vasıtasıyla ölçülen -25°C bir cam geçiş sıcaklığına sahipti.

Örnek 1 (Karıştırma örneği)

Çökeltilmiş kalsiyum karbonatın (PCC) ağırık cinsinden %20'lik 150 g bir bulamacına önce polimer 1'in ağırık cinsinden %30'luk dispersiyonundan 3 g oda sıcaklığında yavaş bir şekilde karıştırılarak ilave edildi. Ekleme işlemi esnasında ve daha sonra karıştırma bir Heiltof karıştırıcının yardımıyla dakikada 1000 devirde (UpM) karıştırıldı. Karıştırma pH değeri 8,5'e ayarlandı.

30

Örnek 2 (Karıştırma örneği)

Çökeltilmiş kalsiyum karbonatın (PCC) ağırık cinsinden %20'lik 150 g bir bulamacına önce polimer 2'nin ağırık cinsinden %30'luk dispersiyonundan 3 g oda sıcaklığında yavaş bir şekilde karıştırılarak ilave edildi. Ekleme işlemi esnasında ve daha sonra karıştırma bir Heiltof

35

karıştırılarak yardımıyla dakikada 1000 devirde (UpM) karıştırıldı. Karışımın pH değeri 8,5'e ayarlandı.

Örnek 3 (Karşılaştırma örneği)

5

Çökeltilmiş kalsiyum karbonatın (PCC) ağrılı cinsinden %20'lik 150 g bir bulamacına önce polimer 3'ün ağrılı cinsinden %30'luk dispersiyonundan 3 g oda sıcaklığında yavaş bir şekilde karıştırılarak ilave edildi. Ekleme işlemi esnasında ve daha sonra karışım bir Heiltof karıştırıcının yardımıyla dakikada 1000 devirde (UpM) karıştırıldı. Karışımın pH değeri 8,5'e ayarlandı.

10

Örnek 4 (Karşılaştırma örneği)

Çökeltilmiş kalsiyum karbonatın (PCC) ağrılı cinsinden %20'lik 150 g bir bulamacına önce polimer 4'ün ağrılı cinsinden %30'luk dispersiyonundan 3 g oda sıcaklığında yavaş bir şekilde karıştırılarak ilave edildi. Ekleme işlemi esnasında ve daha sonra karışım bir Heiltof karıştırıcının yardımıyla dakikada 1000 devirde (UpM) karıştırıldı. Karışımın pH değeri 8,5'e ayarlandı.

15

Örnek 5 (Karşılaştırma örneği)

Çökeltilmiş kalsiyum karbonatın (PCC) ağrılı cinsinden %20'lik 150 g bir bulamacına önce polimer 5'in ağrılı cinsinden %30'luk dispersiyonundan 3 g oda sıcaklığında yavaş bir şekilde karıştırılarak ilave edildi. Ekleme işlemi esnasında ve daha sonra karışım bir Heiltof karıştırıcının yardımıyla dakikada 1000 devirde (UpM) karıştırıldı. Karışımın pH değeri 8,5'e ayarlandı.

25

Karşılaştırma örneği (VB) 1

Çökeltilmiş kalsiyum karbonatın (PCC) ağrılı cinsinden %20'lik 150 g bir bulamacına önce karşılaştırma polimeri 1'in ağrılı cinsinden %30'luk dispersiyonundan 3 g oda sıcaklığında yavaş bir şekilde karıştırılarak ilave edildi. Ekleme işlemi esnasında ve daha sonra karışım bir Heiltof karıştırıcının yardımıyla dakikada 1000 devirde (UpM) karıştırıldı. Karışımın pH değeri 8,5'e ayarlandı.

35

Dolgu maddesi içeren kağıt üretimi

Örnekler 6 - 20

Karşılaştırma örnekleri 2 -7

5

Ağartma sülfatından ve ağartma çam sülfidinden 70/30 oranında bir karışım %4'lük bir katı madde konsantrasyonunda bir laboratuvar hamur makinesi içinde 30-35 aralığında bir öğütme derecesine ulaşıncaya kadar leke kalmayacak şekilde ağartıldı. Daha sonra ağartılan maddeye optik bir parlatıcı (Blankophor® PSG, Kemira Oy) ve de bir katyonik nişasta (HiCat® 5163 A) ilave edildi. Katyonik nişastanın çözülmesi ağartma cinsinden %10 nişasta bulamacı olarak bir hırpıştırıcı içinde 130°C'de ve 1 dakika bekleme süresinde gerçekleşti. Optik parlatıcının dozaj miktarı kağıt maddesi süspansiyonunun kuru içeriği bazında ticari malzemenin ağartma cinsinden %0,5 değerinde idi. Katyonik nişastanın dozaj miktarı kağıt maddesi süspansiyonunun kuru içeriği bazında nişastanın ağartma cinsinden %0,5 değerinde idi. Bu arada maddenin pH değeri 7 ile 8 arasında bulunuyordu. Öğütülmüş madde daha sonra suyun katılaşması ile ağartma cinsinden %0,35 bir katı madde konsantrasyonundan seyreltildi.

Yukarıda açıklanan sulu dolgu maddesi bulamacının dolgu maddesi içerikli kağıtların üretimindeki davranışını belirlemek için her birine 500 ml kağıt maddesi süspansiyonunu konuldu ve her biri bu kağıt hamuru içine örnekler göre işlem yapılan bulamaç ve de tutma maddesi olarak katyonik bir poli akril amid dozajlandı (Polimin® KE 540, BASF Aktiengesellschaft). Tutucu maddenin dozaj miktarı her durumda her biri için kağıt maddesi süspansiyonunun kuru içeriği bazında ağartma cinsinden %0,01 bir değer taşımaktadır.

25

Daha sonra kağıt tabakaları yukarıda açıklanan ön işleme tabi tutulmuş dolgu maddelerinden oluşturuldu (örnekler 6-20 ve karşılaştırma örnekleri 2-4). Bunu için kullanılan dolgu maddesi miktarı dolgu maddesi içerikleri yaklaşık olarak %20, %30 veya %40 değerinde olacak şekilde uyarlandı. Önceden işleme tabi tutulmuş dolgu maddelerinde belirli bir hedef değeri sağlamak için kullanılan hak zorunda olan dolgu maddesi bulamacı ön işleme tabi tutulmamış dolgu maddelerine göre daima daha azdır.

Önceden işleme tabi tutulmuş dolgu maddelerinin her biri için bunun dışında önceden işleme tabi tutulmamış dolgu maddelerine sahip karşılaştırma örnekleri gerçekleştirildi (Karşılaştırma örnekleri 5 - 7). Bunun için öncelikle ön araştırmalarda yaklaşık olarak %20, %30 veya %40

35

bir dolgu maddesi içeriğini ayarlamak için gerekli olan önceden işlem görmemiş dolgu maddesi bulamacının miktarı tespit edildi. Daha sonra kağıt tabakalar önceden işlem görmemiş dolgu maddeleri ile oluşturuldu.

- 5 Kağıt tabakalar her biri bir Rapid-Köthen tabaka oluşturucusu üzerinde ISO 5269/2'ye göre 70 g/m² tabaka ağırlığına sahip olarak imal edildi ve daha sonra 90°C'de 7 dakika kurutuldu.

Kağıt tabakaların kontrolü

- 10 23°C sabit sıcaklıkta ve %50 nemde iklimlendirilmiş bir alanda 12 saat bir depolama süresinden sonra kağıt tabakaların DIN 54540'e göre kuru yalıtım uzunluğu, DIN 54516'e göre iç dayanıklılığı ve DIN 53121'e göre bükülme sertliği belirlenir. Sonuçlar Tablo 1'de verilmiştir. Karşılaştırma örneklerine göre bulamacılar ve bundan üretilen kağıt tabakalar ait karşılaştırma örnekleri (VB) eklemesi ile tanımlanmıştır. Diğer örneklerde buluşa göre örnekler söz konusudur.

Tablo 1

Kağıt tabakaların incelenmesi					
Örnek veya Karşılaştırma örneği (VB)	Örneğe veya karşılaştırma örneğine göre bulamacı (VB)	Dolgu maddesi içeriği [%]	Kuru kopma uzunluğu [m]	İç dayanıklılık [N]	Bükülme sertliği [mN]
6	1	20,1	5781	354	70,1
7	1	29,5	4921	301	53,3
8	1	39,3	4045	254	39,2
9	2	20,9	5845	348	69,4
10	2	29,1	4911	299	53,9
11	2	40,7	3934	251	38,3
12	3	19,8	5912	358	70,5
13	3	30,2	5055	291	54,5
14	3	40,9	4123	247	40,1
15	4	20,1	5801	339	71,8
16	4	29,2	5012	285	53,5
17	4	40,2	3945	239	39,7
18	5	20,6	5734	363	71,3
19	5	30,1	4819	312	55,1
20	5	39,1	3945	265	40,4
VB 2	VB 1	20,8	5212	287	69,1
VB 3	VB 1	30,4	4378	239	52,1

VB 4	VB 1	39,2	3619	188	37,7
VB 5	Ön işlem olmayan PCC	20,2	4276	157	67,2
VB 6	Ön işlem olmayan PCC	30,7	3321	109	51,3
VB 7	Ön işlem olmayan PCC	39,8	2467	71	35,9