



SUOMI—FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

[B] (11) **KUULUTUSJULKAISU** 70805
UTLÄGKNINGSSKRIFT

(45)

(51) Kv.lk.⁴/Int.Cl.⁴ B 01 F 3/12 // D 21 H 3/78

(21) Patentihakemus — Patentansökning	841298
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag	30.03.84
(23) Alkupäivä — Giltighetsdag	30.03.84
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig	01.10.85
(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	18.07.86
(86) Kv. hakemus — Int. ansökan	
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet	

(71) Myllykoski Oy, 73670 Luikonlahti, Suomi-Finland(FI)

(72) Mikko Kaila, Espoo, Eelis Eskelinen, Luikonlahti, Matti Tyni, Luikonlahti, Suomi-Finland(FI)

(74) Forssén & Salomaa Oy

(54) Menetelmä talkin dispergoimiseksi - Förfarande för dispergering av talk

(57) Tiivistelmä

Keksintö kohdistuu menetelmään talkin dispergoimiseksi. Talkki lieteeseen ainakin yhden hydrofiilisen mineraaliaineen läsnäollessa. Hydrofiilisenä mineraaliaineena käytetään kaolinia, kalsiumkarbonaattia, kipsiä tai niiden seosta. Talkkina käytetään hienojakoista pulverimaista talkkia tai rakeistettua talkkia, jonka keskimääräinen raekoko on korkeintaan 5 µm. Talkin määrä on välillä 10-60 p-% lietteen määrästä.

(57) Sammandrag

Uppfinningen gäller ett förfarande för dispergering av talk. Talken uppslmmas i närvaro av åtminstone ett hydrofilt mineralämne. Som hydrofilt mineralämne används kaolin, kalsiumkarbonat, gips eller blandningar av dessa. Som talk används finfördelad pulverformig talk eller granulerad talk, vars genomsnittliga kornstorlek är högst 5 µm. Mängden av talk är mellan 10-60 v-% av suspensionens mängd.

Menetelmä talkin dispergoimiseksi
Förfarande för dispergering av talk

70805

Keksinnön kohteena on menetelmä talkin dispergoimiseksi. Erityisesti keksinnön kohteena on menetelmä, jolla rakeistettu hienojakoinen talkki voidaan dispergoida edullisesti paperin päällystyspastan vaatimukset täyttäväksi lietteeksi säilyttäen rakeistetun talkin käsiteltävyydet ja jossa
5 sa voidaan käyttää standardilietteitä.

Hienoksi jauhetun talkin rakeistus on yleisesti käytetty menetelmä massamaisen talkkituotteen käsiteltävyyden parantamiseksi. Rakeistuksessa kostutettu talkki puristetaan suureholla voimalla pieniksi pölyämättömiksi
10 briketeiksi. Kuitenkin liian lähelle toisiaan puristetut ja sopivissa asennoissa toisiinsa nähden olevat talkkihiukkaset liittyvät toisiinsa van der Waals-voiman avulla kuten alkuperäisessä talkkikiteessä. Energia-
kynnys talkilla on 4,1 kcal/mol (17,2 kJ/mol) ja kriittinen etäisyys 3 Å
(R.F.GIESE, JR: Interlayer bonding in Talc and Pyrophyllite, 1974). Kon-
15 ventionaalisessa rakeistuksessa ja varastosiloissa ylittyvät nämä arvot usein ja seurauksena on, että rakeistuksen jälkeen lietetyn talkin hiukkaskokojakauma on karkeampi kuin ennen rakeistusta.

Paperin päällystyspastassa pigmentin on oltava täysin dispergoituneena.
20 Tämän onnistuminen edellyttää yhteen liittyneiden hiukkasten irrottamista toisistaan. Rakeistetun hienojakoisen talkin lietossa joudutaankin käyttämään erityisen tehokkaita dispergaattoreita. Energian tarve päällystystalkin lietossa on kaksi kertaa niin suuri kuin päällystyskaoliinin lietossa (J-E. TEIRFOLK, INSKO 82-80 VI).

25 Paperin päällystyspastaan käytettävän lietteen viskositeetin ja reologisten ominaisuuksien tulee olla stabiilit. Agglomeroitumista ja sedimentoitumista ei saa tapahtua pitempiaikaisessakaan varastoinnissa.

30 Keksinnön päämääränä on aikaansaada menetelmä, jossa voidaan välttää kalliiden ja tehokkaiden erikoissekoittimien käyttö.

Keksinnön päämäärä saavutetaan menetelmällä, jolle on pääasiallisesti tunnusomaista se, että talkki lietetään ainakin yhden hydrofiilisen mineraaliaineen läsnäollessa.

- 5 Keksinnön mukaisen menetelmän muut tunnusmerkit on esitetty patenttivaatimuksissa 2-9.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä talkki voi olla joko hienojakoista pulverimaista talkkia tai rakeistettua talkkia. Rakeistetun hienojakoisen talkin alkuperäinen raekoko on keskimäärin 1-5 μm . Rakeistusveteen on lisätty 0,5-1,5 p-% talkin kuivapainosta esim. pH:ta sääteleviä hydrofiilisoivia ja vaahdon muodostusta estäviä apuaineita, kuten esim. NaOH, polyalkyleeniglykolia ja/tai sen johdannaisia sekä tarkoitukseen sopivia tensidejä. Hydrofiilisestä mineraaliaineesta tai -aineista tai niiden seoksista tehtyyn vesilietteeseen lisätään edellä mainittuja apuaineita 0,1-0,5 p-% pigmenttien kokonaismäärästä. Apuaineiden tehon säilyttämiseksi lämpötila lietossa ei saa ylittää lämpötilaa 50°C.

Mineraalin hydrofiilisyys johtuu tämän mineraalin pintaenergian ja veden pintaenergian välisestä erosta; mitä pienempi ero on, sitä hydrofiilisempi on mineraali.

	Normaalin veden pintaenergia on	72	mJ/m^2
	Kaoliinin	"	65 "
25	Kalsiumkarbonaatin	"	70 "
	Kipsin	"	n. 70 "
	Talkin	"	45 "

Mineraalien pintaenergioiden erot johtuvat erilaisista kiderakenteista ja kemiallisesta koostumuksesta. Talkki on luonnostaan voimakkaasti hydrofobinen. Muut mainitut mineraalit kostuvat helposti. Ilman apuaineita valmistettu talkki-vesi-liete on tiksotrooppinen, mutta muuttuu myöhemmin dilatantiksi sitä mukaa kun ilma poistuu lietteestä. Viskositeetin stabiilisuus on huono ja reologiset ominaisuudet muuttuvat talkin hitaan kostumisen myötä. Ilman lisäaineita valmistetun yli 60 % kuiva-ainetta sisältävän lietteen viskositeetti on käyttöä ajatellen aivan liian korkea.

Hydrofiilisenä mineraaliaineena, jota lietteessä tulee olla 10-60 % lopullisen lietteen painosta, voidaan käyttää esim. paperin päällystykseseen sopivaa kaoliinia, kalsiumkarbonaattia tai kipsiä. Mineraaliaineen vaikutus hienojakoisen rakeistetun talkin dispergoinnissa perustuu:

5

- hierrevaikutukseen, jolla lietteessä olevat partikkelit hajoittavat talkkiaglomeraatit
- erilaiseen pintaenergiaan: asettumalla talkkihiukkasten väleihin ne vähentävät pigmentin hydrofobisuutta ja estävät talkkihiukkasten uudelleen aglomeroitumisen paineen vaikutuksesta

10

Tällä tavalla valmistettuun lietteeseen saadaan alkuperäinen hiukkaskokojakautuma ja korkea kuiva-ainepitoisuus 60-70 %, edullisesti 65-68 %. Pigmentit saadaan täysin kostutetuiksi ja lietteen käsittelyominaisuudet ovat hyvät. Käytetyt apuaineet sopivat päällystypastan valmistukseen ja liete on stabiili myös pitempiaikaisessa varastoinnissa. Menetelmän mukainen dispergointi voidaan suorittaa standardiliettimissä ja talkin rakeistamisen tuomat käsiteltävyyssedut voidaan säilyttää.

15

20 Esimerkki 1

Hienojakoista rakeistettua talkkia, jonka keskimääräinen raekoko oli 2,2 μm ja jonka rakeistusveteen lisättiin polyalkyleeniglykolia (Pluriol[®] PE 6400) 0,8 % talkin kuivapainosta, dispergoitiin SPS-kaoliinista tehtyyn lietteeseen, jonka lieteveteen oli lisätty 0,3 paino-osaa dispergointiainetta (Polysalz[®] S), 0,02 paino-osaa natriumhydroksidia ja 0,02 paino-osaa vaahdonestoainetta (Nopco[®] 8034) (kaikki pigmenttien kokonaispainosta). Lietteeseen lopullinen kuiva-ainepitoisuus oli 65 % ja siitä oli 50 % talkkia ja 50 % kaoliinia. Lietto tapahtui Kady Mill-laitteella. Laimennettuna 63 p-%:iin lietteen viskositeetti oli 100 mPas/50 r/min. Viskositeetti ja reologiset ominaisuudet eivät muuttuneet vuorokauden kestäneessä varastoinnissa. Liete käytettiin hyvällä tuloksella LWC-paperin päällystykseseen.

25

30

35 Esimerkki 2

Hienojakoista rakeistettua talkkia, jonka keskimääräinen raekoko oli

2,2 μm ja jonka rakeistusveteen lisättiin polyalkyleeniglykolia (Pluriol[®] PE 6400) 1,2 % talkin kuivapainosta, dispergoitiin SPS-kaoliinista tehtyyn lietteeseen, jonka lieteveteen oli lisätty 0,3 paino-osaa dispergointianetta (Polysalz[®] S), 0,02 paino-osaa natriumhydroksidia (kaikki pigmenttien kokonaispainosta). Lietteeseen lopullinen kuiva-
 5 ainepitoisuus oli 60,0 % ja siitä oli 50 % talkkia ja 50 % kaoliinia. Lietto tapahtui laboratoriossa Diaf-laitteella. Lietteeseen viskositeetti oli 75 mPas/20 r/min. Viskositeetti ja reologiset ominaisuudet eivät muuttuneet vuorokauden kestäneessä varastoinnissa.

10

Kun lietettiin pelkästään hienojakoista talkkia lietteeseen 60 %, muodostui tarvittava liettoaika kaksinkertaiseksi. Lietteeseen viskositeetti oli 80 mPas/20 r/min. Viskositeetti ja reologiset ominaisuudet muuttuivat oleellisesti vuorokauden kestäneessä varastoinnissa. Liete
 15 oli epästabiili.

Esimerkki 3

Hienorakeista rakeistettua talkkia, jonka keskimääräinen raekoko oli
 20 2,5 μm , dispergoitiin keskimääräiseltä raekooltaan 1,7 μm olevasta kalsiumkarbonaattista valmistettuun lietteeseen, jonka lieteveteen oli lisätty mm. 1,2 % polyalkyleeniglykolia (Pluriol[®] PE 6400) 1,2 p-% ja natriumhydroksidia 0,02 p-% talkin kuivapainosta. Dispergointi tapahtui laboratoriossa Diaf-laitteella. Lietteeseen lopullinen kuiva-ainepitoisuus
 25 oli 60 %.

Lietteeseen kiintoaineen raekoko eri karbonaatti-talkki-suhteilla oli seuraava:

Talkki	Karbonaatti	Keskimääräinen raekoko		
		laskettu	mitattu	ero
90 %	10 %	2,42	2,20	10 %
70 %	30 %	2,26	2,10	7,6 %
50 %	50 %	2,10	1,90	10,5 %

35

Raekoot mitattiin Sedigraph-laitteella. Kokeissa päästiin lähes 10 % pienempiin raekokoihin kuin pigmenttien alkuperäisestä raekoosta laskemalla

voisi olettaa. Tämä johtunee talkkiaglomeraattien hajoamisesta.

Esimerkki 4

- 5 Hienorakeista rakeistettua talkkia, jonka keskimääräinen raekoko oli 2,5 μm , dispergoitiin Diaf-laitteella paperin päällystyksen tarkoitettua kipsistä (CoCoat[®]) valmistettuun lietteeseen, jonka lieteveteen lisättiin polyetyleeniglykolia (Pluriol[®] 6400) 1,2 p-% ja natriumhydroksidia 0,02 p-% talkin painosta. Lietteeseen lopullinen kiintoainepitoisuus
- 10 oli n. 60 %. Seossuhteella 30 % kipsiä 70 % talkkia saatiin helposti hyvin dispergoitunut stabili liete, jossa ei tapahtunut sedimentoitumista eikä oleellista viskositeetin muutosta kahden vuorokauden varastoinnissa.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä talkin dispergoimiseksi, t u n n e t t u siitä, että talkki lietetään ainakin yhden hydrofiilisen mineraaliaineen läsnäollessa.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että
5 hydrofiilisenä mineraaliaineena käytetään kaoliinia.
3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrofiilisenä mineraaliaineena käytetään kalsiumkarbonaattia.
- 10 4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hydrofiilisenä mineraaliaineena käytetään kipsiä.
5. Jonkin patenttivaatimuksien 1-4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että talkkina käytetään hienojakoista pulverimaista talkkia.
15
6. Jonkin patenttivaatimuksien 1-4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että talkkina käytetään rakeistettua talkkia.
7. Jonkin patenttivaatimuksien 1-6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u
20 siitä, että talkin keskimääräinen raekoko on korkeintaan 5 um.
8. Jonkin patenttivaatimuksien 1-7 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että talkin määrä on välillä 10-60 p-% lietteen määrästä.
- 25 9. Jonkin patenttivaatimuksien 1-8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että lietteeseen ja/tai rakeistusveteen on lisätty pH:ta sääteleviä, hydrofilisoivia ja vaahdonmuodostusta estäviä apuaineita, kuten esim. NaOH, polyalkyleeniglykolia ja/tai sen johdannaisia sekä tensidejä.

1 Patentkrav

70805

1. Förfarande för dispergering av talk, k ä n n e t e c k n a t därav, att talken uppslammas i närvaro av åtminstone ett hydrofilt mineralämne.

5

2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att som hydrofilt mineralämne användes kaolin.

10 3. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att som hydrofilt mineralämne användes kalciumkarbonat.

4. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att som hydrofilt mineralämne användes gips.

15 5. Förfarande enligt något av patentkraven 1-4, k ä n n e t e c k n a t därav, att som talk användes finfördelad pulverformig talk.

6. Förfarande enligt något av patentkraven 1-4, k ä n n e t e c k n a t därav, att som talk användes granulerad talk.

20

7. Förfarande enligt något av patentkraven 1-6, k ä n n e t e c k n a t därav, att den genomsnittliga kornstorleken av talken är högst 5 μm .

25 8. Förfarande enligt något av patentkraven 1-7, k ä n n e t e c k n a t därav, att talkmängden är mellan 10 och 60 v-% av suspensionens mängd.

30 9. Förfarande enligt något av patentkraven 1-8, k ä n n e t e c k n a t därav, att man till suspensionen och/eller granuleringsvattnet har tillsatt pH-reglerande, hydrofiliserande och skumbildningförhindrande hjälpämnen, såsom t.ex. NaOH, polyalkylenglykol och/eller dess derivat samt tensider.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia:-Öffentliga finska patentansökningar: 813219 (D 21 H 3/66).

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: Suomi-Finland(FI) 64 674 (D 21 H 1/22). Iso-Britannia-Storbritannien(GB) 1 449 129 (C 01 B 33/22).

35