



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010109347/05, 12.09.2008

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
12.09.2008

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
12.09.2007 US 11/854,044

(43) Дата публикации заявки: 20.10.2011 Бюл. № 29

(45) Опубликовано: 27.12.2012 Бюл. № 36

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 6524439 B2, 25.02.2003. US 4943349 A,
24.07.1990. EP 0891444 A1, 20.01.1999. RU
2277142 C2, 27.05.2006. RU 2247183 C2,
27.02.2005.(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 12.04.2010(86) Заявка РСТ:
US 2008/076167 (12.09.2008)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2009/036271 (19.03.2009)

Адрес для переписки:

191036, Санкт-Петербург, а/я 24,
"НЕВИНПАТ", пат.пов. А.В.Поликарпову

(72) Автор(ы):

**ЧЕНГ Вейгуо (US),
ГРЭЙ Росс Т. (US)**

(73) Патентообладатель(и):

Налко Компани (US)**(54) РЕГУЛИРУЕМАЯ ПРЕДВАРИТЕЛЬНАЯ ФЛОКУЛЯЦИЯ НАПОЛНИТЕЛЯ С
ПРИМЕНЕНИЕМ ДВОЙНОЙ ПОЛИМЕРНОЙ СИСТЕМЫ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к предварительной флокуляции наполнителей, используемых в производстве бумаги. Способ включает последовательное добавление флокулирующих агентов высокой и низкой молекулярной массы в водную дисперсию частиц наполнителя с последующим измельчением получающихся

хлопьев наполнителя до желаемого размера частиц с получением устойчивых к измельчению хлопьев наполнителя с определенным и регулируемым распределением частиц. Изобретение обеспечивает улучшение качества печатной продукции, а также снижение затрат на сырье и энергию. 3 н. и 11 з.п. ф-лы, 10 пр., 7 табл., 1 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
D21H 17/69 (2006.01)
D21F 11/00 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2010109347/05, 12.09.2008**

(24) Effective date for property rights:
12.09.2008

Priority:

(30) Convention priority:
12.09.2007 US 11/854,044

(43) Application published: **20.10.2011 Bull. 29**

(45) Date of publication: **27.12.2012 Bull. 36**

(85) Commencement of national phase: **12.04.2010**

(86) PCT application:
US 2008/076167 (12.09.2008)

(87) PCT publication:
WO 2009/036271 (19.03.2009)

Mail address:

**191036, Sankt-Peterburg, a/ja 24, "NEVINPAT",
pat.pov. A.V.Polikarpovu**

(72) Inventor(s):

**ChENG Vejguo (US),
GREhJ Ross T. (US)**

(73) Proprietor(s):

Nalko Kompani (US)

(54) **ADJUSTABLE PRELIMINARY FLOCCULATION OF FILLER WITH USE OF DOUBLE POLYMER SYSTEM**

(57) Abstract:

FIELD: textiles, paper.

SUBSTANCE: method includes the sequential addition of flocculating agents of high and low molecular weight to aqueous dispersion of the filler particles followed by grinding of the resulting

flakes of the filler to the desired particle size to obtain flakes of the filler resistant to grinding with a specific and controlled particle distribution.

EFFECT: improvement of quality of printed products, cost reduction for raw materials and energy.

14 cl, 10 ex, 7 tbl, 1 dwg

R U 2 4 7 1 0 3 3 C 2

R U 2 4 7 1 0 3 3 C 2

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

Данное изобретение относится к предварительной флокуляции наполнителей, используемых в производстве бумаги; в частности, раскрывается производство устойчивых к измельчению хлопьев наполнителя с определенным и регулируемым распределением по размерам при высоких содержаниях сухого вещества в наполнителе.

УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Повышение содержания наполнителя в печатных и писчих бумагах представляет большой интерес для улучшения качества продукции, а также для снижения затрат на сырье и энергию. Однако замена волокон целлюлозы наполнителями, подобными карбонату кальция и глине, снижает прочность конечного листа. Другой проблемой при повышении содержания наполнителя является повышающаяся трудность поддержания равномерного распределения наполнителей в трехмерной структуре листа. Подходом к снижению этих негативных влияний повышения содержания наполнителя является предварительная флокуляция наполнителей перед их добавлением в подводящую систему мокрой части бумагоделательной машины.

Термин предварительная флокуляция означает модификацию частиц наполнителя в агломераты через обработку с помощью коагулянтов и/или флокулянтов.

Флокулирующая обработка и усилия измельчения определяют процесс распределения по размерам и стабильность хлопьев перед добавлением в бумажную массу.

Химическая среда и высокие скорости измельчения потока, присутствующие в современном высокоскоростном бумажном производстве, требуют от хлопьев стабильности и устойчивости к измельчению. Распределение хлопьев по размеру, обеспечиваемое обработкой с помощью предварительной флокуляции, должно минимизировать снижение прочности листа при повышении содержания наполнителя, минимизировать потерю оптической эффективности из-за частиц наполнителя и минимизировать негативные влияния на однородность и пригодность бумаги для печати. Кроме того, вся система должна быть экономически осуществима.

Поэтому комбинация высокой стабильности к измельчению и узкого распределения частиц по размеру жизненно важна для успеха технологии предварительной флокуляции наполнителя. Однако хлопья наполнителя, образованные только коагулянтом низкой молекулярной массы, включая обычно используемый крахмал, имеют тенденцию к относительно маленькому размеру частиц, которые распадаются под действием высоких сил измельчения в бумагоделательной машине. Хлопья наполнителя, образованные только флокулянтом высокой молекулярной массы, имеют тенденцию к широкому распределению частиц по размеру, которое трудно регулировать, а распределение частиц по размеру становится хуже при более высоких уровнях сухого вещества, прежде всего вследствие плохого перемешивания вязких растворов флокулянта в суспензии. Соответствующим образом, есть постоянная потребность в улучшенных технологиях предварительной флокуляции.

СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Настоящее изобретение представляет собой способ приготовления стабильной дисперсии флокулированных частиц наполнителя, имеющей определенное распределение частиц по размеру, для применения в процессах производства бумаги, включающий: а) обеспечение водной дисперсии частиц наполнителя; б) добавление первого флокулирующего агента в дисперсию в количестве, достаточном для однородного перемешивания в дисперсии без значительной флокуляции частиц наполнителя; с) добавление второго флокулирующего агента в дисперсию в

количестве, достаточном для инициирования флокуляции частиц наполнителя в присутствии первого флокулирующего агента и а) возможно, измельчение флокулированной дисперсии для обеспечения дисперсии хлопьев наполнителя, имеющей желаемый размер частиц.

5 Данное изобретение также представляет собой способ изготовления бумажных продуктов из целлюлозной массы, включающий формирование водной целлюлозной бумагоделательной композиции, добавление в композицию водной дисперсии хлопьев наполнителя, приготовленной так, как описано в данном документе, обезвоживание с
10 образованием листа и сушку листа. Этапы формирования бумагоделательной композиции, обезвоживания и сушки можно провести любым удобным способом, обычно известным специалистам в этой области техники.

Данное изобретение также представляет собой бумажный продукт, включающий хлопья наполнителя, приготовленные так, как описано в данном документе.

15 Согласно способу предварительной флокуляции по данному изобретению в водную суспензию наполнителя, имеющую высокое содержание сухого вещества, вводят вязкий раствор флокулянта, не вызывающего значительной флокуляции за счет регулирования заряда поверхности частиц наполнителя. Это позволяет равномерно
20 распределить вязкий раствор флокулянта по всей суспензии с высоким содержанием сухого вещества. Второй компонент, который гораздо менее вязок, чем раствор флокулянта, вводится в систему для формирования стабильных хлопьев наполнителя. Второй компонент является полимером с более низкой молекулярной массой и противоположным зарядом по сравнению с флокулянтом. Возможно, в качестве
25 третьего компонента можно добавить микрочастицы для обеспечения дополнительной флокуляции и узкого распределения частиц по размерам. Распределение хлопьев по размерам регулируют путем применения чрезвычайно высокого измельчения в течение достаточно продолжительного времени для
30 доведения размера хлопьев до нужной величины. После этого скорость измельчения снижают и поддерживают размер хлопьев. Значительной повторной флокуляции не происходит.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ЧЕРТЕЖЕЙ

35 На фиг.1 показан типичный профиль разрешения СДВ (средней длины волокна) во времени, зарегистрированный с помощью Lasentec[®] S400 FBRM. В точке один в суспензию вводят первый флокулирующий агент, и СДВ растет, затем быстро снижается при перемешивании со скоростью 800 об/мин, что указывает на то, что
40 хлопья наполнителя не стабильны в условиях перемешивания. В точке два вводят второй флокулирующий агент, и СДВ также растет, а затем немного снижается при скорости перемешивания 800 об/мин. В точке три вводят микрочастицы, и СДВ резко растет, затем достигает плато, что указывает на то, что хлопья наполнителя стабильны при скорости перемешивания 800 об/мин. Когда скорость измельчения
45 повышают до 1500 об/мин, СДВ начинает снижаться.

ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Наполнители, применимые в данном изобретении, хорошо известны и коммерчески доступны. Обычно они включают какие-либо неорганические или органические
50 частицы или пигменты, применяемые для повышения непрозрачности или белизны, уменьшения пористости или цены бумажного или картонного листа. Типичные наполнители включают карбонат кальция, каолиновую глину, тальк, диоксид титана, тригидрат оксида алюминия, сульфат бария, гидроксид магния и тому подобное. Карбонат кальция включает природный карбонат кальция (ПКК) в сухой форме или в

форме диспергированной суспензии, мел, осажденный карбонат кальция (ОКК) любой морфологии и осажденный карбонат кальция в форме диспергированной суспензии. Формы диспергированных суспензий ПКК или ОКК обычно производят с использованием полимерных диспергирующих агентов из полиакриловой кислоты или диспергирующих агентов из полифосфата натрия. Каждый из этих диспергирующих агентов придает значительный анионный заряд частицам карбоната кальция. Суспензии каолиновой глины также можно диспергировать, используя полимеры полиакриловой кислоты или полифосфата натрия.

В одном воплощении наполнители выбирают из карбоната кальция и каолиновой глины и их сочетаний.

В одном воплощении наполнители выбирают из осажденного карбоната кальция, природного карбоната кальция и каолиновой глины и их смесей.

Первый флокулирующий агент предпочтительно является катионным полимерным флокулянтom при использовании с катионно заряженными наполнителями и анионными при использовании с анионно заряженными наполнителями. Однако он может быть анионным, неионным, цвиттер-ионным или амфотерным до тех пор, пока он будет однородно смешиваться с суспензией с высоким содержанием сухого вещества, не вызывая значительной флокуляции.

В используемом здесь виде «не вызывая значительной флокуляции» означает отсутствие флокуляции наполнителя в присутствии первого флокулирующего агента или образования хлопьев, которые меньше, чем хлопья, которые получают при добавлении второго спекулирующего агента и нестабильны в условиях умеренного измельчения. Умеренное измельчение определено как измельчение, обеспечиваемое перемешиванием образца в 300 мл в стакане объемом 600 мл с использованием мешалки IKA RE16 со скоростью 800 об/мин с четырехлопастным, турбинным пропеллером диаметром 5 см. Это перемешивание должно быть похоже на то, которое имеется в системе подвода современной бумагоделательной машины.

Подходящие флокулянты обычно имеют молекулярную массу свыше 1000000 и часто выше 5000000.

Полимерный флокулянт обычно готовят путем ступенчатой полимеризации виниловых соединений одного или более катионных, анионных или неионных мономеров, путем сополимеризации одного или более катионных мономеров с одним или более неионными мономерами, путем сополимеризации одного или более анионных мономеров с одним или более неионными мономерами, путем сополимеризации одного или более катионных мономеров с одним или более анионными мономерами и, возможно, одним или более неионными мономерами для получения амфотерного полимера, или путем полимеризации одного или более цвиттер-ионных мономеров с, возможно, одним или более неионными мономерами с образованием цвиттер-ионного полимера. Один или более цвиттер-ионных мономеров и, возможно, один или более неионных мономеров также могут быть сополимеризованы с одним или более анионным или катионным мономерами для придания катионного или анионного заряда цвиттер-ионному полимеру. Подходящие флокулянты обычно имеют содержание заряда менее 80 мол.% и часто меньше 40 мол.%.

В то время как катионные полимерные флокулянты могут быть сформированы с использованием катионных мономеров, также можно ввести в реакцию полимеры, полученные ступенчатой полимеризацией виниловых соединений, с получением катионно заряженных полимеров. Полимеры этого типа включают полимеры,

полученные с помощью реакции полиакриламида с диметиламином и формальдегидом с получением производного Манниха.

Подобным образом, в то время как анионные полимерные флокулянты можно сформировать с использованием анионных мономеров, также можно модифицировать некоторые полимеры, полученные ступенчатой полимеризацией виниловых соединений, с образованием анионно заряженных полимеров. Полимеры этого типа включают, например, полимеры, полученные путем гидролиза полиакриламида.

Флокулянт можно приготовить в твердой форме, в виде водного раствора, эмульсии вода-в-масле или дисперсии в воде. Типичные катионные полимеры включают сополимеры и тройные сополимеры (мет)акриламида с диметиламиноэтилметакрилатом (ДМАЭМА), диметиламиноэтилакрилатом (ДМЭАЭА), диэтиламиноэтилакрилатом (ДЭАЭА), диэтиламиноэтилметакрилатом (ДЭАЭМА) или их четвертичными аммонийными формами, полученными с помощью диметилсульфата, метилхлорида или бензилхлорида. Типичные анионные полимеры включают сополимеры акриламида с акрилатом натрия и/или 2-акриламидо-2-метилпропансульфоновой кислотой (АМПС) или акриламидным гомополимером, который гидролизуют для превращения части акриламидных групп в акриловую кислоту.

В воплощении флокулянты имеют ПУВ по меньшей мере 3 дл/г.

В воплощении флокулянты имеют ПУВ по меньшей мере 10 дл/г.

В воплощении флокулянты имеют ПУВ по меньшей мере 15 дл/г.

В используемом здесь виде «ПУВ» относится к приведенной удельной вязкости. В серии полимерных гомологов, которые, в основном, линейны и хорошо сольватированы, измерения «приведенной удельной вязкости (ПУВ)» для разбавленных растворов полимеров являются указанием на длину цепи полимера и средней молекулярной массы в соответствии с Paul J.Flory «Principles of Polymer Chemistry (Принципы химии полимеров)», Cornell University Press, Ithaca, NY, 1953, Глава VII «Determination of molecular weights (Определение молекулярных масс)», стр.266-316. «ПУВ» измеряют при данной концентрации полимера и температуре и вычисляют следующим образом:

$ПУВ = [\eta/\eta_0] - 1/c$, где η = вязкость раствора полимера, η_0 = вязкость растворителя при той же температуре и c = концентрация полимера в растворе.

Единицами концентрации « c » являются (граммы/100 мл или г/децилитр). Поэтому единицами ПУВ являются дл/г. Если не указано другое, то для измерения ПУВ используют 1,0 молярный раствор нитрата натрия. Концентрация полимера в этом растворителе равна 0,045 г/дл. ПУВ измеряют при 30°C. Вязкости η и η_0 измеряют с помощью вискозиметра полумикроразбавления Cannon Ubbelohde, размер 75.

Вискозиметр монтируют точно в вертикальном положении в бане с постоянной температурой, установленной на 30±0,02°C. Типичная погрешность, присущая вычислению ПУВ для описанных здесь полимеров, равна около 0,2 дл/г. Когда два полимерных гомолога в рамках серии имеют похожие ПУВ, это является указанием на то, что они имеют похожие молекулярные массы.

Как обсуждалось выше, первый флокулирующий агент добавляют в количестве, достаточном для однородного перемешивания в дисперсии, не вызывающем значительной флокуляции частиц наполнителя. В воплощении дозировка первого флокулирующего агента находится между 90,3 и 2718 г/т (0,2 и 6,0 фунт/т) обрабатываемого наполнителя. В воплощении дозировка флокулянта составляет от 181,2 до 1359 г/т (от 0,4 до 3,0 фунт/т) обрабатываемого наполнителя. Для целей

этого изобретения единицей дозирования является «г/т» («фунт/т»), что означает граммы (фунты) активного полимера (коагулянта или флокулянта) на 903000 грамм (2000 фунтов) наполнителя.

5 Второй флокулирующий агент может быть любым материалом, способным инициировать флокуляцию наполнителя в присутствии первого флокулирующего агента. В воплощении второй флокулирующий агент выбирают из микрочастиц, коагулянтов, полимеров, имеющих более низкую молекулярную массу, чем первый флокулирующий агент и их смесей.

10 Подходящие микрочастицы включают кремнийсодержащие материалы и полимерные микрочастицы. Типичные кремнийсодержащие материалы включают частицы на основе диоксида кремния, микрогелей диоксида кремния, коллоидного диоксида кремния, золь диоксида кремния, силикагелей, полисиликатов, катионного диоксида кремния, алюмосиликатов, полиалюмосиликатов, боросиликатов,
15 полиборосиликатов, цеолитов и разбухающей глины синтетического или природного происхождения. Разбухающими глинами могут быть бентонит, гекторит, смектит, монтмориллонит, нонтронит, сапонит, сауконит, мормит, аттапульгит и сепиолит.

Полимерные микрочастицы, пригодные в данном изобретении, включают
20 анионные, катионные или амфотерные органические микрочастицы. Микрочастицы обычно имеют ограниченную растворимость в воде, могут быть поперечносшитыми и имеют размер неразбухших частиц менее 750 нм.

Анионные органические микрочастицы включают частицы, описанные в US 6524439 и полученные путем гидролиза акриламидных полимерных микрочастиц или путем
25 полимеризации таких анионных мономеров, как (мет)акриловая кислота и ее соли, 2-акриламидо-2-метилпропансульфонат, сульфэтил(мет)акрилат, винилсульфоновая кислота, стиролсульфоновая кислота, малеиновая или другая двухосновная кислота или их соли, или их смеси. Эти анионные мономеры также можно сополимеризовать с
30 неионными мономерами, такими как (мет)акриламид, N-алкилакриламиды, N,N-диалкилакриламиды, метил(мет)акрилат, акрилонитрил, N-винилметилацетамид, N-винилметилформаид, винилацетат, N-винилпирролидон и их смеси.

Катионные органические микрочастицы включают микрочастицы, описанные в US 6524439 и полученные путем полимеризации таких мономеров, как галогениды
35 диаллилдиалкиламмония, хлорид акрилоксиалкилтриметиламмония, (мет)акрилаты диалкиламиноалкильных соединений и их соли и четвертичные производные, и мономеры N,N-диалкиламиноалкил(мет)акриламидов, хлорида (мет)акриламидопропилтриметиламмония и кислоты или четверичных солей N,N-
40 диметиламиноэтилакрилатов и подобных им. Эти катионные мономеры также можно сополимеризовать с неионными мономерами, такими как (мет)акриламид, N-алкилакриламиды, N,N-диалкилакриламиды, метил(мет)акрилат, акрилонитрил, N-винилметилацетамид, N-винилметилформаид, винилацетат, N-винилпирролидон и их смеси.

45 Амфотерные органические микрочастицы получают путем полимеризации комбинаций по меньшей мере одного из перечисленных выше анионных мономеров, по меньшей мере одного из перечисленных выше катионных мономеров и, возможно, по меньшей мере одного из перечисленных выше неионных мономеров.

50 Полимеризацию мономеров в органические микрочастицы обычно проводят в присутствии полифункционального поперечносшивающего агента. Такие поперечносшивающие агенты описаны в US 6524439, как имеющие по меньшей мере две двойные связи, двойную связь и реакционноспособную группу или две

реакционноспособные группы. Примерами таких агентов являются N,N-метиленбис(мет)акриламид, полиэтиленгликольди(мет)акрилат, N-винилакриламид, дивинилбензол, триаллиламмониевые соли, N-метилаллилакриламидглицидил(мет)акрилат, акролеин, метилолакриламид, диальдегиды, подобные глиоксалу, диэпоксидные соединения и эпихлоргидрин.

В воплощении дозировка микрочастиц находится между 226 и 3624 г/т (0,5 и 8 фунт/т) обрабатываемого наполнителя. В воплощении дозировка микрочастиц находится между 453 и 1812 г/т (1,0 и 4,0 фунт/т) обрабатываемого наполнителя.

Подходящие коагулянты обычно имеют более низкую молекулярную массу, чем флокулянты и имеют высокую плотность катионных заряжающих групп. Коагулянты, пригодные в данном изобретении, хорошо известны и коммерчески доступны. Они могут быть неорганическими или органическими. Типичные неорганические коагулянты включают квасцы, алюминат натрия, полиалюминий хлориды или ПАХ (которые также могут быть под названиями алюминий хлоргидроксид, алюминий гидроксидхлорид и полиалюминий гидроксидхлорид), сульфатированные полиалюминий хлориды, полиалюминийкремний сульфат, сульфат железа и хлорид железа и тому подобное и их смеси.

Многие органические коагулянты формируют путем конденсационной полимеризации. Примеры полимеров этого типа включают сополимеры эпихлоргидрина с диметиламином (ЭПИ-ДМА) и сополимеры ЭПИ-ДМА, поперечно сшитые аммиаком.

Дополнительные коагулянты включают полимеры этилендихлорида и аммиака или этилендихлорида и диметиламина с добавлением или без добавления аммиака, конденсационные полимеры многофункциональных аминов, таких как диэтилентриамин, тетраэтиленпентамин, гексаметилендиамин и тому подобное с этилендихлоридом или полифункциональными кислотами, подобными адипиновой кислоте, и полимеры, полученные путем реакций конденсации, такие как меламина-формальдегидные смолы.

Дополнительные коагулянты включают катионно заряженные полимеры, полученные ступенчатой полимеризацией виниловых соединений, такие как полимеры, сополимеры и тройные сополимеры (мет)акриламида, галогенида ди-аллил-N,N-двузамещенного аммония, диметиламиноэтилметакрилата и его четвертичноаммониевые соли, хлорид метакриламидопропилтриметиламмония, хлорид диаллилметил(бета-пропионамидо)аммония, метилсульфат (бета-метакрилоилоксиэтил)триметиламмония, четверичный поливинилактам, виниламин и акриламид или метакриламид, которые реагировали с образованием производных Манниха или четверичных производных Манниха. Подходящие соли четвертичного аммония можно получить с помощью метилхлорида, диметилсульфата или бензилхлорида. Тройные сополимеры могут включать анионные мономеры, такие как акриловая кислота или 2-акриламидо-2-метилпропансульфоновая кислота, пока общий заряд на полимере является катионным. Молекулярная масса таких полимеров, полученных как ступенчатой полимеризацией виниловых соединений, так и конденсацией, находятся в диапазоне от нескольких сотен до нескольких миллионов. Предпочтительно диапазон молекулярных масс должен составлять от 20000 до 1000000.

Другие полимеры, пригодные в качестве второго флокулирующего агента, включают катионные, анионные или амфотерные полимеры, химия которых в качестве флокулянта описывается выше. Различием между этими полимерами и

флокулянтами в первую очередь является молекулярная масса. Второй флокулирующий агент должен быть с низкой молекулярной массой для того, чтобы его раствор можно было легко смешать с суспензией наполнителя с высоким содержанием сухого вещества. В воплощении второй флокулирующий агент имеет ПУВ менее 5 дл/г.

Второй флокулирующий агент может использоваться один или в комбинации с одним или несколькими дополнительными вторыми флокулирующими агентами. В воплощении в суспензию флокулированного наполнителя добавляют один или более вид микрочастиц с последующим добавлением второго флокулирующего агента.

Второй флокулирующий агент добавляют в дисперсию в количестве, достаточном для инициирования флокуляции частиц наполнителя в присутствии первого флокулирующего агента. В воплощении дозировка второго флокулирующего агента находится между 90,6 и 3624 г/т (0,2 и 8,0 фунт/т) обрабатываемого наполнителя. В воплощении дозировка второго компонента находится между 226 и 2718 г/т (0,5 и 6,0 фунт/т) обрабатываемого наполнителя.

В воплощении один или более вид микрочастиц можно добавить во флокулированную дисперсию до измельчения для обеспечения дополнительной флокуляции и/или узкого распределения частиц по размеру.

В воплощении второй флокулирующий агент и первый флокулирующий агент имеют противоположный заряд.

В воплощении первый флокулирующий агент является катионным, а второй - анионным.

В воплощении первый флокулирующий агент выбирают из сополимеров акриламида с диметиламиноэтилметакрилатом (ДМАЭМ) или диметиламиноэтилакрилатом (ДМАЭА) и их смесей.

В воплощении первый флокулирующий агент является сополимером акриламида и диметиламиноэтилакрилата (ДМАЭМ) с содержанием катионного заряда 10-50 мол.% и ПУВ >15 дл/г.

В воплощении второй флокулирующий агент выбирают из группы, состоящей из частично гидролизованного акриламида и сополимеров акриламида и акрилата натрия.

В воплощении второй флокулирующий агент является сополимером акриламида и акрилата натрия, имеющим анионный заряд 5-40 мол.% и ПУВ 0,3-5 дл/г.

В воплощении первый флокулирующий агент является анионным, а второй - катионным.

В воплощении первый флокулирующий агент выбирают из группы, состоящей из частично гидролизованного акриламида и сополимеров акриламида и акрилата натрия.

В воплощении первый флокулирующий агент является сополимером акриламида и акрилата натрия, имеющим анионный заряд 5-75 мол.% и ПУВ не менее 15 дл/г.

В воплощении второй флокулирующий агент выбирают из группы, состоящей из сополимеров эпихлоргидрина с диметиламином (ЭПИ-ДМА), сополимеров ЭПИ-ДМА, поперечно сшитых аммиаком, и гомополимеров галогенидов ди-аллил-N,N-двузамещенного аммония.

В воплощении второй флокулирующий агент является гомополимером хлорида диаллилдиметиламмония, имеющим ПУВ 0,1-2 дл/г.

Дисперсии хлопьев наполнителя в соответствии с этим изобретением готовят до их добавления в композицию для производства бумаги. Это можно делать

периодическим или постоянным образом. Концентрация наполнителя в этих суспензиях обычно меньше 80 мас.%. Более типично между 5 и 65 мас.%.

5 Периодический способ может состоять из большой емкости для перемешивания с верхней пропеллерной мешалкой. Суспензию наполнителя загружают в эту емкость, и
желаемое количество первого флокулирующего агента подают в суспензию при
непрерывном перемешивании. Суспензию и флокулянт перемешивают достаточное
10 время для однородного распределения первого флокулирующего агента по всей системе, обычно около 10-60 секунд в зависимости от используемой энергии
перемешивания. Затем добавляют нужное количество второго флокулирующего
агента при скорости перемешивания, достаточной для разрушения хлопьев
наполнителя, с увеличением времени перемешивания обычно от нескольких секунд до
нескольких минут в зависимости от используемой энергии перемешивания. Возможно,
15 в качестве третьего компонента добавляют микрочастицы, чтобы вызвать повторную
флокуляцию и узкое распределение частиц по размерам. При получении подходящего
распределения хлопьев наполнителя по размерам снижают скорость перемешивания
до уровня, при котором хлопья стабильны. Затем эту партию флокулированного
наполнителя переносят в более крупную емкость для перемешивания с достаточным
20 перемешиванием для сохранения хлопьев наполнителя однородно
суспендированными в дисперсии. Флокулированный наполнитель откачивают из
емкости для смешивания с бумагоделательной композицией.

В непрерывном способе нужное количество первого флокулирующего агента
25 закачивают в трубу, содержащую наполнитель, и при необходимости перемешивают с
помощью статического смесителя. Участок трубы или сосуд для перемешивания,
достаточные для осуществления адекватного перемешивания наполнителя, можно
включить до ввода соответствующего количества второго флокулирующего агента.
Затем второй флокулирующий агент закачивают в трубу, содержащую наполнитель.
30 Возможно, добавляют микрочастицы в качестве третьего компонента, чтобы вызвать
повторную флокуляцию и узкое распределение частиц по размеру. После этого
требуется высокая скорость перемешивания для получения нужного распределения
частиц хлопьев наполнителя по размеру. Регулируя или скорость измельчения
перемешивающего устройства, или время перемешивания, можно регулировать
35 распределение хлопьев по размерам. Непрерывный процесс может приспособиваться
к использованию регулируемой скорости измельчения в устройстве с фиксированным
объемом. Одно такое устройство описано в US 4799964. Это устройство является
регулируемым по скорости центробежным насосом, который при работе с обратным
40 давлением, превышающим его давление отключения, работает как механическое
измельчающее устройство без подачи. Другие подходящие измельчающие устройства
включают сопло с регулируемым падением давления, эмульсифицирующее устройство
турбинного типа или мешалку высокой интенсивности с регулируемой скоростью в
сосуде фиксированного объема. После измельчения суспензию флокулированного
45 наполнителя подают прямо в композицию для производства бумаги.

Как в периодическом, так и в непрерывном способах, описанных выше, можно
использовать фильтр или экран для удаления избыточных по размеру хлопьев
наполнителя. Это устраняет потенциальные проблемы со скоростью машины и с
50 качеством бумаги, возникающие из-за включения больших частиц наполнителя в
бумагу или картон.

В воплощении средний размер частиц хлопьев наполнителя составляет не менее 10
мкм. В воплощении средний размер частиц хлопьев наполнителя находится между 10

и 100 мкм. В воплощении средний размер частиц хлопьев наполнителя находится между 10 и 70 мкм.

Предыдущее можно лучше понять с помощью ссылки на следующие примеры, которые представляются в целях иллюстрации и не предназначены для ограничения объема данного изобретения.

Примеры 1-7

Наполнитель, используемый для каждого примера, является или недиспергированным, или диспергированным скаленоэдрическим осажденным карбонатом кальция (ОКК) (доступен как Albacar HO от Specialty Minerals Inc., Бетлехем, Пенсильвания, США). При использовании недиспергированного ОКК сухой продукт разбавляют до 10% сухого вещества водопроводной водой. При использовании диспергированного ОКК его получают в виде суспензии с 40% сухого вещества и разбавляют до 10% сухого вещества водопроводной водой. Распределение частиц ОКК по размеру измеряют через 3-х секундные интервалы во время флокулирования с использованием зонда Lasentec[®] S400 FBRM (Измерение отражения фокусированного пучка (ИОФП)), производимого Lasentec, Редмонд, Вашингтон, США. Описание теории, стоящей за работой ИОФП, можно найти в Preikschat, F.K. и Preikschat, E., "Apparatus and method for particle analysis" («Устройство и способ для анализа частиц»), US 4871251. Среднюю длину волокна (СДВ) хлопьев ОКК используют как общую меру степени флокуляции. Лазерный зонд погружают в стакан объемом 600 мл, содержащий 300 мл 10% суспензии ОКК. Раствор перемешивают с помощью мешалки IKA RE16 со скоростью 800 об/мин не менее 30 секунд до добавления флокулирующих агентов.

Первый флокулирующий агент медленно добавляют шприцом в течение 30-60 секунд. При использовании второго флокулирующего агента его добавляют к первому флокулирующему агенту подобным образом после ожидания в течение 10 секунд для размешивания первого флокулирующего агента. Наконец, когда добавляют микрочастицы, их вносят подобным образом во флокулирующие агенты после ожидания в течение 10 секунд для размешивания второго флокулирующего агента. Перед применением флокулянт разбавляют до концентрации 0,3% в расчете на сухое вещество, коагулянты разбавляют до концентрации 0,7% в расчете на сухое вещество, крахмал разбавляют до концентрации 5% в расчете на сухое вещество, и микрочастицы разбавляют до концентрации 0,5% в расчете на сухое вещество. Типичный профиль разрешения СДВ во времени показан на фиг.1.

Для любого эксперимента с флокулированным наполнителем максимальную СДВ после добавления флокулирующего агента регистрируют и она представлена в Табл. II. Максимальная СДВ указывает на степень флокулирования. Затем суспензию перемешивают со скоростью 1500 об/мин в течение 8 мин для испытания стабильности хлопьев наполнителя при серьезных условиях измельчения. Значения СДВ при 4 минутах и 8 минутах регистрируют, и они представлены в Табл. III и Табл. IV, соответственно.

Распределение частиц хлопьев наполнителя по размерам также характеризуют с помощью рассеивания света лазера, используя Mastersizer Micro от Malvern Instruments Ltd., Саусборо, Массачусетс, США. Анализ выполняют с использованием полидисперсной модели и презентации 4PAD. Эта презентация предполагает показатель преломления наполнителя 1,60 и показатель преломления воды 1,33 как дисперсной фазы. На качество распределения указывают средний объемно-массовый размер хлопьев $D(V, 0,5)$, диапазон распределения и однородность распределения.

Диапазон и однородность определяются как:

$$\text{диапазон} = \frac{D(V, 0.9) - D(V, 0.1)}{D(V, 0.5)}$$

$$\text{однородность} = \frac{\sum V_i |D(V, 0.5) - D_i|}{D(V, 0.5) \sum V_i}$$

Здесь $D(v, 0,1)$, $D(v, 0,5)$ и $D(v, 0,9)$ определены как диаметры, которые равны или больше чем 10%, 50% и 90% по объему частиц наполнителя, соответственно. V_i и D_i являются объемной долей и диаметром частиц в i группе размеров. Меньшие значения диапазона и однородности указывают на более однородное распределение частиц по размерам, которое обычно считают имеющим лучшую эффективность в производстве бумаги. Эти характеристики хлопьев наполнителя при максимальной СДВ, 4 минутах и 8 минутах при скорости измельчения 1500 об/мин перечислены в Табл. II, III и IV для каждого примера. Тип ОКК, флокулирующие агенты и дозы флокулирующих агентов, используемые в каждом примере, перечислены в Табл. I.

Пример 8

Этот эксперимент демонстрирует осуществимость применения непрерывного способа для флокуляции суспензии ОКК. Партия 18 литров с 10% сухого вещества недиспергированного ОКК (доступен как Albacar HO от Specialty Minerals Inc., Бетлехем, Пенсильвания, США) в водопроводной воде перекачивают с помощью центробежного насоса со скоростью 7,6 л/мин в емкость объемом 19,9 литров (5 галлонов). Активную дозу 453 г/т (1,0 фунт/т) 1% раствора флокулянта А подают в суспензию ОКК на вход центробежного насоса с помощью винтового насоса. Затем ОКК подают в статический миксер вместе с 453 г/т (1,0 фунт/т) активной дозы раствора с 2% сухого вещества коагулянта А. Распределение частиц по размерам хлопьев наполнителя измеряют с помощью Master-sizer Micro; и полученные данные представлены в Табл. II. 300 мл получившейся суспензии перемешивают в стакане со скоростью 1500 об/мин в течение 8 минут таким же образом, как в примерах 1-7. Характеристики хлопьев наполнителя при 4 минутах и 8 минутах приведены в Табл. III и IV, соответственно.

Пример 9

Суспензия наполнителя и методика эксперимента такие же, как в примере 8, за исключением того, что коагулянт А подают в центробежный насос, а флокулянт А подают в статический смеситель. Размерные характеристики хлопьев наполнителя приведены в Табл. II, III и IV, соответственно.

Таблица I

Тип ОКК, описания флокулирующего агента и его дозы для примеров 1-9.

Пр.	Полимер 1				Полимер 2		Микрочастицы	
	ОКК Тип	Название	Дозировка (г/т) (фунт/т)	Название	Дозировка (г/т) (фунт/т)	Название	Доза (г/т)	
1	Недисперг.	Stalok 400	9060 (20)	Нет		Нет		
2	Недисперг.	Флокулянт А	453 (1)	Коагулянт А	453 (1)	Нет		
3	Недисперг.	Коагулянт А	453 (1)	Флокулянт А	453 (1)	Нет		
4	Недисперг.	Флокулянт В	453 (1)	Коагулянт В	1359 (3)	В	906 (2)	
5	Недисперг.	Коагулянт В	1359 (3)	Флокулянт В	453 (1)	В	906 (2)	
6	Недисперг.	Флокулянт А	680 (1,5)	Коагулянт А	1812 (4)	Нет		
7	Недисперг.	Коагулянт А	453 (1)	Флокулянт А	680 (1,5)	Нет		
8	Недисперг.	Флокулянт А	453 (1)	Коагулянт А	453 (1)	Нет		
9	Недисперг.	Коагулянт А	453 (1)	Флокулянт А	453 (1)	Нет		

Stalok 400	Катионный крахмал доступен от Tate & Lyle, Декейтер, Иллинойс, США
Флокулянт А	Анионный флокулянт на основе сополимера акрилата натрия с акриламидом с ПУВ около 32 дл/г и содержанием заряда 29 мол.% доступен от Nalco Co., Напервиль, Иллинойс, США
Флокулянт В	Катионный флокулянт на основе четвертичной соли акриламиддиметиламиноэтилметакрилатметилхлорида, ПУВ около 25 дл/г и содержанием заряда 20 мол.% доступен от Nalco Co., Напервиль, Иллинойс, США
Коагулянт А	Катионный коагулянт поли(диаллилдиметиламмоний хлорида) с ПУВ около 0,7 дл/г доступен от Nalco Co., Напервиль, Иллинойс, США
Коагулянт В	Анионный сополимер акрилата натрия с акриламидом с ПУВ около 1,8 дл/г и содержанием заряда 6 мол.% доступен от Nalco Co., Напервиль, Иллинойс, США
Микрочастицы В	Анионные микрочастицы коллоидного боросиликата доступны от Nalco Co., Напервиль, Иллинойс, США

Таблица II

Характеристики хлопьев наполнителя при максимальной СДВ или 0 мин при скорости измельчения 1500 об/мин

Пример	СДВ (мкм)	D (v,0,1) (мкм)	D (v,0,5) (мкм)	D (v,0,9) (мкм)	Диапазон	Однородность
1	12,52	10,42	23,07	46,48	1,56	0,49
2	16,81	13,48	32,08	98,92	2,66	0,83
3	30,13	53,94	130,68	228,93	1,34	0,41
4	18,52	19,46	43,91	90,86	1,63	0,51
5	38,61	67,2	147,73	240,04	1,17	0,36
6	34,39	53,21	111,48	209,04	1,40	0,43
7	45,63	34,17	125,68	240,63	1,64	0,52
8	NA	24,4	58,17	125,47	1,74	0,52
9	NA	29,62	132,79	234,62	1,54	0,46

Таблица III

Характеристики хлопьев наполнителя после 4 минут при скорости измельчения 1500 об/мин

Пример	СДВ (мкм)	D (v,0,1) (мкм)	D (v,0,5) (мкм)	D (v,0,9) (мкм)	Диапазон	Однородность
1	7,46	4,76	9,51	17,39	1,33	0,41
2	13,21	11,29	27,26	91,78	2,95	0,92
3	16,13	13,25	42,73	142,37	3,02	0,92
4	13,86	14,91	28,46	51,63	1,29	0,4
5	17,66	21,8	58,08	143,31	2,09	0,65
6	14,77	15,77	35,62	85,29	1,95	0,6
7	21,26	12,88	45,00	197,46	4,10	1,24
8	NA	14,91	35,88	76,29	1,71	0,53
9	NA	8,08	48,64	152,89	2,98	0,93

Таблица IV

Характеристики хлопьев наполнителя после 8 минут при скорости измельчения 1500 об/мин

Пример	СДВ (мкм)	D (v,0,1) (мкм)	D (v,0,5) (мкм)	D (v,0,9) (мкм)	Диапазон	Однородность
1	7,02	4,01	8,03	15	1,37	0,43
2	12,43	8,57	20,47	48,67	1,96	0,67
3	13,62	9,46	28,93	110,3	3,49	1,06
4	12,88	12,48	23,48	42,36	1,27	0,45
5	15,30	15,64	41,16	106,73	2,21	0,7
6	12,06	10,47	23,88	52,81	1,77	0,62
7	17,42	9,2	30,37	176	5,49	1,53
8	NA	12,67	30,84	65,95	1,73	0,53
9	NA	6,66	34,82	116,3	3,15	0,99

Как показано в Табл. II-IV, хлопья наполнителя, сформированные в примере 1, где используется только катионный крахмал, не стабильны при измельчении. С другой стороны, хлопья наполнителя, сформированные множеством полимеров, показывают повышенную стабильность к измельчению, как показано в примерах 2-9. Примеры 2,

4, 6 и 8 показывают хлопья наполнителя, приготовленные в соответствии с данным изобретением, а примеры 3, 5, 7 и 9 показывают хлопья наполнителя, приготовленные в соответствии с существующими способами. Хлопья наполнителя, приготовленные в соответствии с данным изобретением, обычно имеют более узкое распределение частиц по размеру после измельчения (что показывается более низкими значениями диапазона и однородности в Табл. III и IV) по сравнению с хлопьями, сформированными с помощью существующих способов.

Пример 10

Цель данного примера состоит в оценке влияний различных размеров хлопьев ОКК на физические свойства отливок. Образцы ОКК получают с использованием процедуры, описанной в примере 2, за исключением того, что уровень сухого вещества ОКК равен 2%. Четыре образца предварительно флокулированных хлопьев наполнителя (10-A, 10-B, 10-C и 10-D) готовят с различными размерами частиц путем измельчения при 1500 об/мин с различными временами. Времена измельчения и получаемые характеристики частиц по размерам приведены в Табл. V.

Густую массу с концентрацией 2,5% готовят из 80% сухого листа целлюлозы лиственной древесины и 20% повторно используемых волокон, полученных от American Fiber Resources (AFR) LLC, Фэйрмонт, Вирджиния. Лиственную древесину размалывают до степени помола 300 мк, определяемой на канадском приборе (Canadian Standard Freeness) (Способ испытаний TAPPI T 227 om-94) в ролле Вэлли (от Voith Sulzer, Аплтон, Висконсин). Густую массу разбавляют водопроводной водой до концентрации 0,5%.

Отливки готовят путем смешивания 650 мл композиции с концентрацией 0,5% при 800 об/мин в приборе динамического обезвоживания с нижним экраном, покрытым твердой пластинкой пластика для предотвращения дренажа. Прибор динамического обезвоживания и смеситель доступны от Paper Chemistry Consulting Laboratory, Inc. Кармел, Нью-Йорк. Начинают перемешивание и 1 г одного из образцов ОКК добавляют через 15 с последующим добавлением 2718 г/т (6 фунт/т) (в расчете на продукт) раствора GC7503 полиалюминий хлорида (доступен от Gulbrandsen Technologies, Клинтон, Нью-Джерси, США) при 30 секундах, 453 г/т (1 фунт/т) (в расчете на продукт) флокулянта на основе сополимера акрилата натрия с акриламидом с ПУВ около 32 дл/г и содержанием заряда 29% мол. (доступен от Nalco Company, Напервиль, Иллинойс, США) при 45 секундах и 1855 г/т (3,5 фунт/т) (активных) частиц боросиликата (доступен от Nalco Company, Напервиль, Иллинойс, США) при 60 секундах.

Перемешивание останавливают при 75 секундах и композицию переносят в декельную камеру отливочной формы Noble&Wood. Отливку 8"×8" формируют посредством обезвоживания через формирующую сетку 100 меш. Отливку извлекают из сетки листовой формы путем помещения двух промокательных бумажек и металлической пластинки на влажную отливку и роликовым прессованием шестью проходами металлического валика массой 1132 грамма (25 фунтов). Формовочную сетку и одну промокательную бумажку удаляют и отливку помещают между двумя новыми промокательными бумажками, пресс приводят в соприкосновение и прессуют при 345 кПа изб. (50 фунтах на кв. дюйм изб.), используя валковый пресс. Снимают все промокательные бумажки и отливку сушат в течение 60 секунд (верхнюю лицевую сторону), используя сушильную установку с вращающимся барабаном при 105°C (220°F). Средняя масса 1 м² отливки равна 84 г/м². Отливочная форма, валковый пресс и сушильная установка с вращающимся барабаном доступны от Adirondack Machine

Companu, Квинсбурри, Нью-Йорк. Пять повторных отливок изготавливают для каждого испытываемого образца ОКК.

Отделанные отливки хранят в течение ночи при стандартных условиях TAPPI: 50% относительной влажности и 23°C. Для каждого листа массу 1 м² определяют с помощью способа испытаний TAPPI T 410 om-98, содержание золы определяют с помощью способа испытаний TAPPI T 211 om-93, белизну определяют с помощью способа испытаний ISO 2470:1999, а непрозрачность определяют с помощью способа испытаний ISO 2471:1998. Формование листа, меру однородности массы 1 м² определяют с помощью анализатора формования Kajaani[®] от Metso Automation, Хельсинки, Финляндия. Результаты этих измерений перечисляются в Табл. VI. Прочность листов на разрыв измеряют с помощью способа испытаний TAPPI T 494 om-01, сопротивление расслаиванию по Скотту измеряют с помощью способа испытаний TAPPI T 569 pm-00, а прочность на разрыв в направлении z (ПРНz) измеряют с помощью способа испытаний TAPPI T 541 om-89. Результаты приведены в Табл. VII.

Таблица V

Размерные характеристики хлопьев наполнителя для образцов 10-A-10-E. Образец E-10 является необработанной суспензией ОКК

Пример	Время измельчения (с)	СДВ (мкм)	D (v,0,1) (мкм)	D (v,0,5) (мкм)	D (v,0,9) (мкм)	Диапазон	Однородность
10-A	210	70,4	30,4	83,6	181,2	1,8	0,55
10-B	330	49,3	29,2	64,0	129,1	1,6	0,49
10-C	450	39,4	22,5	45,1	87,4	1,4	0,44
10-D	1500	29,8	13,8	25,8	46,3	1,3	0,39
10-E	NA	9,24	0,64	1,54	3,28	1,7	0,66

Таблица VI

Оптические свойства листов с различными размерами хлопьев наполнителя

ОКК из эксперим. №	Масса 1 м ² (г/м ²)	Содержание золы (%)	Непрозрачность при 60 г/м ² (%) ISO	Белизна (% ИСО)	Индекс формования
10-A	84,3	15,0	89,6	87,8	87,6
10-B	83,8	13,3	89,1	87,8	93,3
10-C	84,6	14,4	89,6	87,9	94,3
10-D	83,5	13,9	89,8	87,8	102,6
10-E	83,0	14,5	92,8	87,6	101,2

Таблица VII

Свойства механической прочности листов с разными размерами хлопьев наполнителя

ОКК из эксперим. №	Механическая прочность				Улучшение (%)			
	ПРНz (кПа)	Сопротивление расслаиванию по Скотту (МПа) (ф/кв.д)	Индекс разрыва (Н·м/г)	ПЭР (Н·см/см ²)	ПРНz	Сопротивление расслаиванию по Скотту	Индекс разрыва	ПЭР
10-A	733,2	1,56 (226,3)	82,9	2,6	14	26	3,8	44
10-B	709,7	1,76 (254,8)	81,7	2,2	10	52	2,3	20
10-C	675,9	1,49 (217,2)	83,0	2,5	4,8	29	3,9	36
10-D	681,4	1,51 (219,6)	85,5	2,3	5,7	31	7,0	30
10-E	644,9	1,23 (179,0)	79,9	1,8	0	0	0	0

Как показано в Табл. V, размер хлопьев наполнителя уменьшается по мере увеличения времени измельчения при скорости 1500 об/мин, что демонстрирует осуществимость регулирования размера хлопьев наполнителя посредством времени при высокой скорости измельчения. Отливки, изготовленные из каждого из четырех предварительно флокулированных наполнителей (10-A-10-D) и не обработанного наполнителя (10-E), имели примерно эквивалентное содержание золы и массу 1 м², как

указано в Табл. VI. Увеличение размера хлопьев не наносит ущерба белизне, но немного снижает формование и непрозрачность листов. Механическая прочность листов, измеренная путем прочности на разрыв в направлении z, сопротивления расслаиванию по Скотту, индекса разрыва и поглощения энергии разрыва (ПЭР),
5 значительно повышается при увеличении размера хлопьев наполнителя. Это показано в Табл. VII. В общем, более высокий средний размер хлопьев наполнителя ОКК приводит к повышенной прочности листа. На практике небольшую потерю непрозрачности можно компенсировать повышением содержания ОКК в листе при
10 сохранении прочности листа.

Следует понимать, что различные изменения и модификации в предпочитаемых в настоящее время воплощениях, описанных в данном документе, будут ясны для специалистов в технике. Такие изменения и модификации также можно сделать без отклонения от сущности и объема настоящего объекта изобретения и без умаления его
15 намеченных преимуществ. Поэтому имеется в виду, что такие изменения и модификации охватываются прилагаемой формулой изобретения.

Формула изобретения

20 1. Способ приготовления стабильной дисперсии флокулированных частиц наполнителя, имеющей определенное распределение частиц по размеру, для использования в процессах производства бумаги, включающий:

- a) обеспечение водной дисперсии частиц наполнителя;
- 25 b) добавление первого флокулирующего агента в дисперсию в количестве, достаточном для однородного перемешивания в дисперсии без значительной флокуляции частиц наполнителя, при этом первый флокулирующий агент является анионным;
- c) добавление второго флокулирующего агента в дисперсию в количестве,
30 достаточном для инициирования флокуляции частиц наполнителя в присутствии первого флокулирующего агента, при этом второй флокулирующий агент является катионным, и
- d) возможно, измельчение флокулированной дисперсии с получением дисперсии хлопьев наполнителя, имеющих желаемый размер частиц.

35 2. Способ по п.1, в котором первый флокулирующий агент выбирают из списка, состоящего из агента с ПУВ (приведенная удельная вязкость) по меньшей мере 3 дл/г, агента с ПУВ по меньшей мере 10 дл/г, агента с таким же ионным зарядом, как у частиц наполнителя, сополимеров акриламида с диметиламиноэтилакрилатом,
40 сополимеров диметиламиноэтилметакрилата, и их смесей.

3. Способ по п.1, в котором второй флокулирующий агент выбирают из группы, состоящей из микрочастиц, коагулянтов и полимеров, имеющих более низкую молекулярную массу, чем первый флокулирующий агент, и их смесей.

45 4. Способ по п.1, в котором второй флокулирующий агент выбирают из группы, состоящей из частично гидролизованного акриламида, сополимера акриламида и акрилата натрия.

50 5. Способ по п.1, в котором второй флокулирующий агент выбирают из группы, состоящей из микрочастиц, коагулянтов и полимеров, имеющих более низкую молекулярную массу, чем первый флокулирующий агент, и их смесей, и где первый флокулирующий агент имеет ПУВ по меньшей мере 10 дл/г, и где наполнитель выбирают из карбоната кальция и каолиновой глины.

6. Способ по п.5, в котором первый флокулирующий агент выбирают из группы,

состоящей из частично гидролизованного акриламида и сополимеров акриламида и акрилата натрия.

5 7. Способ по п.6, в котором первый флокулирующий агент является сополимером акриламида и акрилата натрия, имеющим анионный заряд 5-75 мол.% и ПУВ по меньшей мере 15 дл/г.

10 8. Способ по п.6, в котором второй флокулирующий агент выбирают из группы, состоящей из сополимеров эпихлоргидрина с диметиламином (ЭПИ-ДМА), сополимеров ЭПИ-ДМА, поперечно сшитых аммиаком, и гомополимеров галогенидов диаллил-N,N-двузамещенного аммония.

9. Способ по п.8, в котором второй флокулирующий агент является гомополимером хлорида диаллилдиметиламмония, имеющего ПУВ 0,1-2 дл/г.

15 10. Способ по п.8, в котором наполнитель выбирают из группы, состоящей из осажденного карбоната кальция, природного карбоната кальция, каолиновой глины, компонента, имеющего такой же ионный заряд, как и первый флокулирующий агент, и их смесей.

11. Способ по п.10, в котором хлопья наполнителя имеют средний размер частиц 10-70 мкм.

20 12. Способ по п.1, дополнительно включающий добавление одного или более вида микрочастиц во флокулированную дисперсию после добавления второго флокулирующего агента.

25 13. Способ изготовления бумажной продукции из целлюлозной массы, включающий формирование водной целлюлозной бумагоделательной композиции, добавление в композицию водной дисперсии хлопьев наполнителя, приготовленной в соответствии со способом по п.1, обезвоживание композиции с образованием листа и сушку листа.

14. Бумажная продукция, приготовленная в соответствии со способом по п.13.

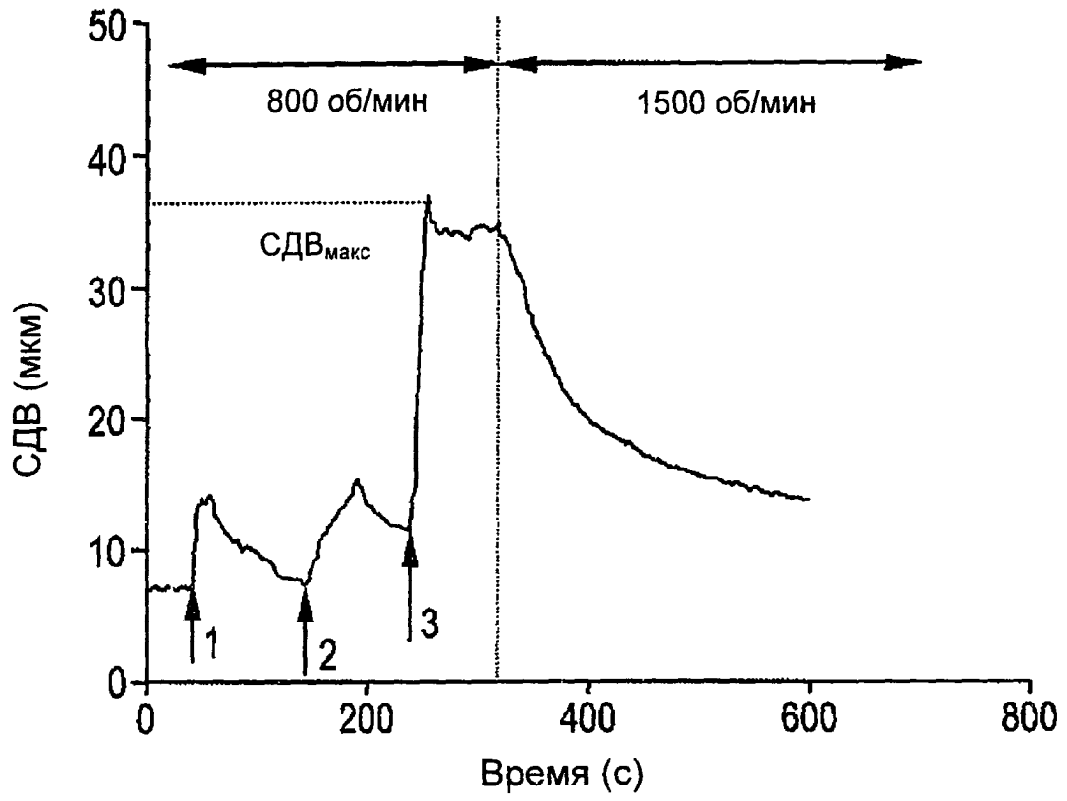
30

35

40

45

50



Фиг. 1