

(19)



(11)

EP 2 980 312 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
19.02.2020 Patentblatt 2020/08

(51) Int Cl.:
D21H 17/67 (2006.01) **D21H 17/00** (2006.01)
D21H 19/36 (2006.01) **D21H 19/58** (2006.01)
D21H 19/62 (2006.01) **D21H 17/37** (2006.01)
D21H 17/34 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **15179113.4**

(22) Anmeldetag: **30.07.2015**

(54) PAPIERFÜLLSTOFF

Paper filler

Matière de remplissage en papier

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO
PL PT RO RS SE SI SK SM TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
BA

(30) Priorität: **31.07.2014 EP 14179379**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
03.02.2016 Patentblatt 2016/05

(73) Patentinhaber: **Amberger Kaolinwerke Eduard
Kick GmbH & Co. KG
92242 Hirschau (DE)**

(72) Erfinder: **Kohl, Christian
92224 Amberg (DE)**

(74) Vertreter: **dompatent von Kreisler Selting Werner -
Partnerschaft von Patent- und Rechtsanwälten
mbB
Deichmannhaus am Dom
Bahnhofsvorplatz 1
50667 Köln (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:
**WO-A1-2013/107933 US-A- 4 272 297
US-A- 4 295 933 US-A1- 2012 199 304**

EP 2 980 312 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft einen Papierfüllstoff und ein Verfahren zu seiner Herstellung.

[0002] Die Hersteller von gestrichenen und ungestrichenen Papiererzeugnissen versuchen, möglichst große Mengen an Füllstoff einzusetzen. Zum einen dient dies der Kostenersparnis, da der Füllstoff meist erheblich billiger ist als das eingesetzte Fasermaterial. Außerdem können Füllstoffe relevante Papiereigenschaften verbessern, insbesondere optische Eigenschaften sowie die Be- und Verdruckbarkeit.

[0003] Allerdings reduziert der Füllstoff die Festigkeit. Mit steigendem Füllstoffgehalt tritt ein störender Festigkeitsverlust auf, da die Festigkeit nur durch die Verbindung zwischen den Fasern entsteht. Diesem Festigkeitsverlust kann dadurch entgegengewirkt werden, dass kleine Füllstoffpartikel aggregiert werden, so dass bei erhöhtem Füllstoffanteil die zwischen den Fasern wirkenden Kräfte - und damit die Festigkeit - weniger stark reduziert werden.

[0004] US 4,295,933 offenbart ein Verfahren zur Herstellung einer wässrigen Dispersion, so dass kontinuierlich eine Polymersuspension bereitgestellt wird. In diese Polymersuspension wird ein Füllstoff gegeben, der durch das Polymer vorgeflockt wird, ehe die Mischung in Kontakt mit Papierfasern gebracht wird. Die Erfindung bezieht sich insbesondere auf eine Verbesserung hinsichtlich der kontinuierlichen Bereitstellung der Polymersuspension.

[0005] US 4,272,297 offenbart eine Zusammensetzung zur Flockung von Füllstoff in wässriger Suspension. Gemäß der Offenbarung umfasst diese Zusammensetzung kaltlösliche Stärke und ein weiteres Agens, welches eine übermäßige Zunahme an Viskosität verhindert.

[0006] US 2012/0199304 A1 offenbart die Verwendung von zwei Flockungsmitteln zur Flockung von Füllstoffen, wobei die Zugabe des ersten Flockungsmittels noch keine Flockung des Füllstoffes auslöst. Erst bei Zugabe des zweiten Flockungsmittels wird der Füllstoff geflockt, so dass für diesen eine definierte Größenverteilung und erhöhte Scherresistenz erzielt wird.

[0007] WO 2013/107933 A1 offenbart die Behandlung einer Dispersion von mindestens einem Füllstoff mit einem kationischen, polymeren Reagenz, das eine Flockung des Füllstoffs auslöst.

[0008] Es sind eine Vielzahl von Füllstoffen bekannt. Durch den Einsatz von bekannten, geflockten Füllstoffen können Nachteile in der weiteren Verarbeitung des Papiers entstehen, z.B. im Hinblick auf Druckfarbenaufnahme und Stauben des Papiers.

[0009] Typischerweise werden Füllstoffe und Papierfasern im Verhältnis von etwa 30:70 eingesetzt. Bei deutlich höheren Füllstoffmengen kommt es zu einer Verschlechterung der Papiereigenschaften, die das Papier für den Einsatzzweck ungeeignet macht. Die genauen Füllstoffmengen sind von den Anforderungen an die mechanischen Eigenschaften des Papiers abhängig.

[0010] Obwohl bereits eine Vielzahl von Füllstoffen bekannt sind, besteht weiterhin Bedarf nach Füllstoffen für Papiere.

[0011] Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, solche Füllstoffe bereitzustellen.

[0012] Gelöst wird die Aufgabe durch ein Verfahren gemäß Anspruch 1. Das Verfahren zur Herstellung eines Papierfüllstoffs umfasst die Schritte:

- a) Bereitstellen einer wässrigen Polymerdispersion
- b) Vermischen der wässrigen Polymerdispersion mit einem Flockungsmittel um eine Mischung zu erhalten
- c) Dispergieren eines Pigments in fester Form in der Mischung.

[0013] Erfindungsgemäß wird also eine wässrige Polymerdispersion bereitgestellt. Die wässrige Polymerdispersion enthält also Polymere. Die Polymere sind Polyvinylacetate, Styrol-Butadiene/(Meth)acrylsäureestern, Copolymerisate aus Styrol und (Meth)acrylsäureestern, Styrol-Copolymerisate mit Ethylen, Acrylate, Acrylamide und Acrylsäure und Mischungen davon.

[0014] In der wässrigen Polymerdispersion beträgt das Gewichtsverhältnis zwischen dem Wasser und dem Polymer der Polymerdispersion typischerweise 1:1 bis 20:1.

[0015] Solche Polymerdispersionen sind kommerziell erhältlich. Sie enthalten auch häufig weitere Hilfsstoffe zur Stabilisierung der Dispersion.

[0016] Erfindungsgemäß wird die wässrige Polymerdispersion mit einem Flockungsmittel vermischt. Dabei kann die wässrige Polymerdispersion in das Flockungsmittel gegeben werden oder das Flockungsmittel in die wässrige Polymerdispersion. Beide können auch gleichzeitig in einen Mischer oder ähnliches eingebracht werden. Bevorzugt wird das Polymer durch das zugegebene Flockungsmittel geflockt.

[0017] In einem bevorzugten Verfahren wird durch das Mischen der wässrigen Polymerdispersion mit einem Flockungsmittel eine Aggregation des Polymers erzielt. Die Reaktion des Flockungsmittels mit dem Polymer wird als Veränderung der Trübung der Dispersion, insbesondere einer Verminderung der Trübung der Dispersion, verbunden mit einer geringen Viskositätssteigerung sichtbar.

[0018] In einem besonders bevorzugten Verfahren wird ein zur Flockung des Polymers geeignetes Flockungsmittel mit der wässrigen Polymerdispersion vermischt.

[0019] Als Flockungsmittel sind organische Polyelektrolyte, wie Polymere auf Basis von Polyimininen, wie Polyethylenimin geeignet.

[0020] Das Gewichtsverhältnis zwischen dem Flockungsmittel und dem Polymer der Polymerdispersion liegt im Bereich von 1:5 bis 1:20. Hierbei werden die Wassergehalte der Polymerdispersion oder gegebenenfalls auch des Flockungsmittels nicht berücksichtigt.

[0021] Anschließend wird in diese Mischung ein Pigment in fester Form eindispersiert. Wichtig ist, dass der Zusatz des Pigments in fester Form erfolgt. Bevorzugte Pigmente in fester Form sind Pulver oder Granulate. Der Zusatz des Pigments erfolgt also nach dem Zusammenbringen des in wässrig dispergierter Form bereitgestellten Polymers mit dem Flockungsmittel. Besonders bevorzugt erfolgt der Zusatz des Pigments, nachdem die Flockung des bereitgestellten Polymers vollendet ist. Weiterhin bevorzugt wird in die Mischung aus wässriger Polymerdispersion und Flockungsmittel ein Pigment in fester Form eindispersiert, wobei das Pigment nicht vorgeflockt ist. Besonders bevorzugt beträgt der Anteil organischen Materials am zuzusetzenden Pigment weniger als 15 Gew.-%, mehr bevorzugt weniger als 10 Gew.-%, noch mehr bevorzugt weniger als 8 Gew.-%.

[0022] Nach dem Zusatz des Pigments zur Mischung entsteht zwischen Polymer und Pigment bevorzugt eine Bindung, umfassend chemische und physikalische Bindungen bzw. Kräfte sowie Kombinationen hieraus, so dass eine Polymerpigmentverbindung entsteht. Bevorzugt beträgt der Anteil organischen Materials an der Polymerpigmentverbindung mehr als 2 Gew.-%, mehr bevorzugt mehr als 4 Gew.-%, noch mehr bevorzugt mehr als 5 Gew.-%.

[0023] Pulver im Sinne dieser Anmeldung sind schüttfähige Feststoffe mit geringer Restfeuchte (≤ 1 Gew.-% Wasser).

[0024] Granulate im Sinne dieser Anmeldung sind schüttfähige Feststoffe mit > 1 Gew.-% Restfeuchte.

[0025] Beide Formen sind für das Verfahren dieser Anmeldung gut geeignet.

[0026] Das Pigment hat erfindungsgemäß eine Korngröße von $0,2 \mu\text{m}$ bis $8 \mu\text{m}$, gemessen als d50 (Volumen). d50 (Volumen) bedeutet, dass 50 Volumen-% der Pigmente eine Korngröße kleiner als der d50-Wert haben und 50 Volumen-% eine größere Korngrößen. Solche Korngrößen werden erfindungsgemäß in geeigneter Weise bestimmt durch die Vorschrift Z/27.3/90 des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure (ZellChemIng) unter Verwendung eines Sedigraph. Während des erfindungsgemäßen Verfahrens findet keine wesentliche Veränderung der Partikelgrößen statt. Es kommt nicht zu einer Aggregation oder Flockung des Pigments. Insbesondere nimmt während des erfindungsgemäßen Verfahrens die Feinheit der Partikel nicht wesentlich ab.

[0027] Feinheit ist definiert als Gewichtsanteil [Gew.-%] der Partikel, deren Korngröße weniger als einen bestimmten Schwellenwert, beispielsweise $2 \mu\text{m}$, beträgt. Eine Abnahme der Feinheit bedeutet also eine Abnahme des Gewichtsanteils [Gew.-%] der Partikel, deren Korngröße weniger als besagten Schwellenwert beträgt.

[0028] Während eines bevorzugten Verfahrens nimmt die Feinheit der Partikel beim Eindispersieren des Pigments um weniger als 5%, mehr bevorzugt um weniger als 2%, am meisten bevorzugt um weniger als 1% ab (jeweils beurteilt am $2 \mu\text{m}$ -Wert).

[0029] Das Gewichtsverhältnis des Polymers in der wässrigen Polymerdispersion zum Pigment liegt erfindungsgemäß im Bereich von 1:5 bis 1:50, ohne Berücksichtigung des Wassers in der Polymerdispersion. Je kleiner die Partikelgröße des Pigments, desto größer die Oberfläche und desto größer muss der Anteil an Polymerdispersion sein, um sich auf dem Pigment niederschlagen zu können.

[0030] Als Pigment haben sich insbesondere anorganische Stoffe wie Kaolin, Talkum, Carbonate (natürlich oder präzipitiert), Bentonite, Satinweiß, Bariumsulfat oder Titandioxid und Mischungen hiervon als geeignet erwiesen. Die Verwendung von Kaolin ist besonders bevorzugt.

[0031] In einigen Ausführungsformen der Erfindung wird zusätzlich ein Dispergiermittel zugegeben, beispielsweise ein Polyacrylat.

[0032] Als Gewichtsverhältnis von Dispergiermittel zum Pigment hat sich ein Bereich von 1:2000 bis 1:50, ohne Berücksichtigung von eventuell vorhandenem Wasser, als geeignet erwiesen.

[0033] Das Dispergieren des Pigments in der Mischung aus Polymerdispersion und Flockungsmittel kann mit dem Fachmann bekannten geeigneten Vorrichtungen erfolgen. Rotor-Stator-Systeme oder Zahnscheibenrührer haben sich als besonders geeignet erwiesen.

[0034] Bevorzugt erfolgt die Dispergierung mit einer hohen Geschwindigkeit.

[0035] Bei einer industriellen Herstellung kommt es durch den Energieeintrag des Dispergierens zu einer Erwärmung der Lösung, die die Vernetzung des Polymers an der Füllstoffoberfläche beschleunigt. Typischerweise wird für eine Tonne Füllstoff Energie in der Größenordnung von 20 kWh benötigt.

[0036] Gegenstand der Erfindung ist auch ein Papierfüllstoff, der durch das erfindungsgemäße Verfahren erhältlich ist sowie die Verwendung des erfindungsgemäßen Papierfüllstoffs als Füllstoff bei der Papierherstellung.

[0037] Dabei kann der erfindungsgemäße Füllstoff allein verwendet werden oder in Kombination mit anderen Füllstoffen, beispielsweise unbehandeltem Calciumcarbonat. Bevorzugt sollte der Anteil der erfindungsgemäßen Füllstoffe an den insgesamt verwendeten Füllstoffen bei der Papierherstellung 10 Gew.-% oder mehr betragen.

[0038] Beschreibung der Figuren:

Figur 1 zeigt Eigenschaften von mit erfindungsgemäßen Füllstoffen hergestelltem Papier.

Figur 2 zeigt das Resultat des Zusammengebens von Polymer und Pigment bei erfindungsgemäßer Ausführung.

Figur 3 zeigt Resultate des Zusammengebens von Polymer und Pigmenten bei gegenüber dem erfindungsgemäßen Verfahren geänderter Reihenfolge der Schritte gemäß Vergleichsbeispiel 2.

[0039] Die Erfindung wird durch die nachfolgenden Beispiele näher erläutert.

Beispiel 1 - Zubereiten des Füllstoffs

[0040] Makrovil SE 348 (Styrol und Acrylsäureester) der Indulor-Chemie wurde mit Wasser in verschiedenen Verhältnissen vermischt. Unter Rühren wurden 10 Gew.-% Polymin HM der BASF als Flockungsmittel zugegeben. Die Mengenangaben beziehen sich auf das Polymer und das Flockungsmittel ohne Einberechnung des Wassers.

[0041] In diese Mischungen wurde dann Kaolin einer d50 Korngröße von 1,5 µm eindispersiert. Bezogen auf die Mischung von 10 kg wässriger Dispersion mit Flockungsmittel wurden 14,3 kg Kaolin (absolut trocken) eindispersiert und mit Hilfe eines Rotor-Stator-Systems dispergiert. Zur Dispergierung wurden 0,03 kg Natriumpolyacrylharz als Dispergiermittel zugesetzt.

	A	B	C
Verdünnung mit Wasser	1:3	1:4	1:5,8
10 Liter wässrige Dispersion enthalten dann an Polymer:	1,25 kg	1,00 kg	0,75 kg
Flockungsmittel	0,125 kg	0,1 kg	0,075 kg
Gewichtsverhältnis Polymer/Kaolin	1:11	1:14	1:19

[0042] Zur Kontrolle der Effizienz der Umsetzung wurde von der Dispersion eine Probe abgenommen, mit 5 Gewichtsteilen Wasser verdünnt und zentrifugiert. Der Überstand erwies sich als klar, was eine Fixierung des Polymers auf der Füllstoffoberfläche zeigte (siehe Figur 2). Nach Dekantieren des Überstands wurde der Glühverlust des getrockneten Sediments bestimmt. Aus der Veränderung des Glühverlustes im Vergleich zum unbehandelten Pigment kann auf die Menge an gebundenem Polymer geschlossen werden.

[0043] In Abhängigkeit der Verdünnung des Polymers konnten verschiedene Mengen an Polymeren an die Oberfläche gebunden werden.

	A	B	C
Verdünnung mit Wasser	1:3	1:4	1:5,8
Überstand nach Zentrifuge	klar	klar	klar
Veränderung des Glühverlustes	+10,8%	+4,6%	+5,4%

Vergleichsbeispiel 2 - Zubereiten des Füllstoffs mit veränderten, d.h. nicht erfindungsgemäßen Reihenfolgen der Verfahrensschritte

[0044] Verändert man die erfindungsgemäße Reihenfolge der Verfahrensschritte, erfolgt keine Fixierung des Polymers an der Pigmentoberfläche.

[0045] Für die Probe D wurden 14,3 kg Kaolin (absolut trocken) einer d50 Korngröße von 1,5 µm in 9,2 kg Wasser dispergiert, woraufhin 10 Gew.-% Polymin HM der BASF als Flockungsmittel unter Rühren hinzugegeben wurden (bezogen auf das im Folgenden zugegebene Polymer ohne Einberechnung des Wassers). Es wurden dann 1,6 kg der Dispersion Makrovil SE 348 (Styrol und Acrylsäureester) unter Rühren hinzugegeben. Zur Dispergierung wurden 0,03 kg Natriumpolyacrylharz als Dispergiermittel zugesetzt.

[0046] Für die Probe E wurden 10 Gew.-% Polymin HM der BASF als Flockungsmittel (bezogen auf das im Folgenden zugegebene Polymer) mit 9,2 kg Wasser vermischt. Es wurden dann 14,3 kg Kaolin (absolut trocken) einer d50 Korngröße von 1,5 µm eindispersiert, bevor 1,6 kg der Dispersion Makrovil SE 348 (Styrol und Acrylsäureester) unter Rühren hinzugegeben wurden. Zur Dispergierung wurden 0,03 kg Natriumpolyacrylharz als Dispergiermittel zugesetzt.

[0047] Für die Probe F wurden 1,6 kg der Dispersion Makrovil SE 348 (Styrol und Acrylsäureester) mit 9,2 kg Wasser

vermischt. Es wurden dann 14,3 kg Kaolin (absolut trocken) einer d50 Korngröße von 1,5 μm unter Rühren eindispersiert, bevor 10 Gew.-% Polymix HM der BASF als Flockungsmittel (bezogen auf das Polymer) zugegeben wurden. Zur Dispersierung wurden 0,03 kg Natriumpolyacrylharz als Dispersierungsmittel zugesetzt.

[0048] Nach Zentrifugieren der Dispersion bleibt der Überstand aller Proben D, E und F trüb (siehe Figur 3). Somit befindet sich weiter nicht-gebundenes Polymer in der wässrigen Phase. Nach Dekantieren des Überstands wurde der Glühverlust im Vergleich zum unbehandelten System bestimmt. Die in untenstehender Tabelle zusammengefassten Ergebnisse zeigen, dass weit weniger Polymer als an Hand des verwendeten Gewichtsverhältnis Kaolin/Polymer erwartet an der Pigmentoberfläche gebunden ist.

	D	E	F
Reihenfolge	Wasser Pigment Flockungsmittel Polymer	Wasser Flockungsmittel Pigment Polymer	Wasser Polymer Pigment Flockungsmittel
Überstand	trüb	trüb	trüb
Erwartete Veränderung des Glühverlusts	+ 8%	+ 8%	+ 8%
Gemessene Veränderung des Glühverlusts	< + 2%	< + 2%	< + 2%

Beispiel 3 - Rohpapierherstellung

[0049] Aus dem in Beispiel 1 hergestellten Füllstoff wurden an einem Rapid-Köthen Blattbildner Laborblätter hergestellt. Als Maß für die Festigkeitsentwicklung wurde die Reißlänge herangezogen und verglichen mit einem Füllstoff, der nicht die erfindungsgemäße Behandlung erfuhr, also unbehandeltes Kaolin. Die Ergebnisse sind in Figur 1 dargestellt. Es zeigt sich, dass bei gleicher Reißlänge (gemessen nach ISO 1924-1, Part-1) der Füllstoffgehalt im Vergleich zur Kontrolle von 31% auf 35% gesteigert werden kann.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Papierfüllstoffs umfassend die Schritte:

- Bereitstellen einer wässrigen Polymerdispersion
- Vermischen der wässrigen Polymerdispersion mit einem Flockungsmittel um eine Mischung zu erhalten
- Dispergieren eines Pigments in fester Form in der Mischung.

wobei die Polymere der wässrigen Polymerdispersion ausgewählt werden aus der Gruppe bestehend aus Polyvinylacetaten, Styrol-Butadiene/(Meth)acrylsäureestern, Copolymerisaten aus Styrol und (Meth)acrylsäureestern, Styrol-Copolymerisaten mit Ethylen, Acrylaten, Acrylamiden und Acrylsäuren und Mischungen davon, das Flockungsmittel ein organischer Polyelektrolyt ist, das Gewichtsverhältnis zwischen Flockungsmittel und Polymer der Polymerdispersion ohne Berücksichtigung des Wassergehaltes im Bereich von 1:5 bis 1:20 liegt, das Pigment eine Korngröße im Bereich von 0,2 μm bis 8 μm , gemessen als d50 mittels Sedigraph, entsprechend der Zellcheming-Vorschrift Z/27.3/90, aufweist und wobei das Gewichtsverhältnis von Polymer in der wässrigen Polymerdispersion zum Pigment im Bereich von 1:5 bis 1:50, ohne Berücksichtigung des Wassers, liegt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei durch das Vermischen der wässrigen Polymerdispersion mit einem Flockungsmittel ein Polymer in der wässrigen Polymerdispersion geflockt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei das Gewichtsverhältnis zwischen Wasser und Polymer der Polymerdispersion im Bereich 1:1 bis 20:1 liegt.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei das Flockungsmittel ein Polymer auf Basis von Polyimininen.

wie Polyethylenimin ist.

- 5 5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, wobei das Pigment ausgewählt wird aus Kaolin, Talkum, Carbonaten, Bentonite, Satinweiß, Bariumsulfat oder Titandioxid und Mischungen davon.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei zusätzlich ein Dispergiermittel zugegeben wird, wobei das Dispergiermittel bevorzugt ein Polyacrylat ist.
- 10 7. Verfahren nach Anspruch 6, wobei das Gewichtsverhältnis an Dispergiermittel zum Pigment im Bereich von 1:2000 bis 1:50, ohne Berücksichtigung des Wassers, liegt.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei das Dispergieren mit Rotor-Stator-Systemen oder Zahnscheibenrührern durchgeführt wird.
- 15 9. Papierfüllstoff erhältlich durch ein Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8.
10. Verwendung eines Papierfüllstoffs nach Anspruch 9 als Füllstoff bei der Papierherstellung.
- 20 11. Verwendung nach Anspruch 10, wobei als Füllstoff eine Mischung des Papierfüllstoffs nach Anspruch 9 mit anderen Füllstoffen eingesetzt wird.

Claims

- 25 1. A process for preparing a paper filler, comprising the steps of:

- a) providing an aqueous polymer dispersion;
- b) mixing said aqueous polymer dispersion with a flocculant to obtain a mixture;
- c) dispersing a pigments in solid form in said mixture;

30 wherein the polymers of said aqueous polymer dispersion are selected from the group consisting of poly(vinyl acetates), styrenebutadiene/(meth)acrylates, copolymers of styrene and (meth)acrylates, styrene copolymers with ethylene, acrylates, acrylamides and acrylic acids, and mixtures thereof;

said flocculant is an organic polyelectrolyte;

35 the weight ratio of said flocculant to said polymer of the polymer dispersion without considering the water content is within a range of from 1:5 to 1:20;

said pigment has a grain size within a range of from 0.2 μm to 8 μm as measured as d50 by means of a Sedigraph in accordance with the Zellcheming Regulation Z/27.3/90; and

40 wherein the weight ratio of the polymer in said aqueous polymer dispersion to said pigment is within a range of from 1:5 to 1:50, without considering the water.

2. The process according to claim 1, wherein a polymer is flocculated in the aqueous polymer dispersion by said mixing of said aqueous polymer dispersion with a flocculant.
- 45 3. The process according to claim 1 or 2, wherein the weight ratio of the water to the polymer in said polymer dispersion is within a range of from 1:1 to 20:1.
4. The process according to any of claims 1 to 3, wherein said flocculant is a polymer based on polyimines, such as polyethylene-imine.
- 50 5. The process according to claim 1 to 4, wherein said pigment is selected from china clay, talc, carbonates, bentonite, satin white, barium sulfate or titanium dioxide, and mixtures thereof.
- 55 6. The process according to any of claims 1 to 5, wherein a dispersant is additionally added, preferably said dispersant being a polyacrylate.
7. The process according to claim 6, wherein the weight ratio of said dispersant to said pigment is within a range of from 1:2000 to 1:50, without considering the water.

8. The process according to any of claims 1 to 7, wherein said dispersing is effected using rotor-stator systems or toothed disk mixers.
9. A paper filler obtainable by a process according to any of claims 1 to 8.
10. Use of a paper filler according to claim 9 as a filler in papermaking.
11. The use according to claim 10, wherein a mixture of the paper filler according to claim 9 with other fillers is employed as said filler.

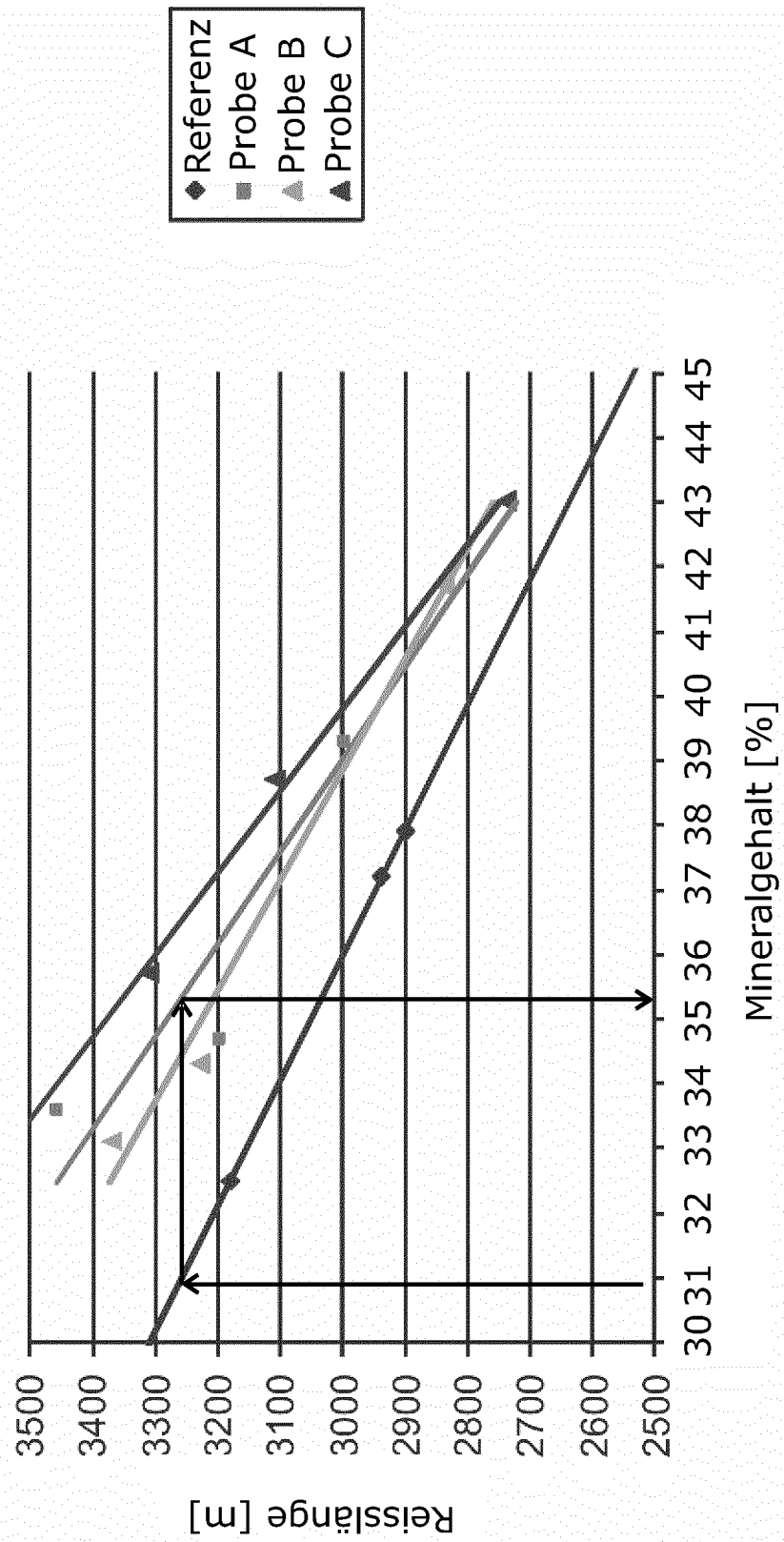
Revendications

1. Procédé de production d'une charge papetière comprenant les étapes :

- a) préparation d'une dispersion aqueuse de polymère
- b) mélange de la dispersion aqueuse de polymère avec un agent floculant afin d'obtenir un mélange
- c) dispersion d'un pigment sous forme solide dans le mélange,

dans lequel les polymères de la dispersion aqueuse sont sélectionnés parmi le groupe constitué par les acétates de polyvinyle, les (méth)-acrylates/styrène-butadiène, les copolymérisats de styrène et de (méth)acrylates, les copolymérisats de styrène et d'éthylène, d'acrylates, d'acrylamides et d'acides acryliques, et les mélanges de ceux-ci, l'agent floculant est un polyélectrolyte organique, le rapport massique entre l'agent floculant et le polymère de la dispersion de polymère est situé dans un intervalle de 1:5 à 1:20, sans tenir compte du contenu en eau, le pigment possède une granulométrie dans un intervalle de 0,2 μm à 8 μm , mesurée comme d50 au moyen d'un Sedigraph, correspondant à la norme Zellcheming Z/27.3/90 et dans lequel le rapport massique du polymère de la dispersion aqueuse de polymère au pigment est situé dans un intervalle de 1:5 à 1:50, sans tenir compte du contenu en eau.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel un polymère est floculé dans la dispersion aqueuse de polymère par le mélange de la dispersion aqueuse de polymère avec un agent floculant.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le rapport massique entre l'eau et le polymère de la dispersion de polymère se est situé dans un intervalle de 1:1 à 20:1.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, dans lequel l'agent floculant est un polymère à base de polyimine, comme la polyéthylènimine.
5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, dans lequel le pigment est sélectionné parmi le kaolin, le talc, les carbonates, la bentonite, le blanc satiné, le sulfate de baryum ou le dioxyde de titane et les mélanges de ceux-ci.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel un agent dispersant est en outre ajouté, dans lequel l'agent dispersant est de préférence un polyacrylate.
7. Procédé selon la revendication 6, dans lequel le rapport massique de l'agent dispersant au pigment est situé dans un intervalle de 1:2000 à 1:50, sans tenir compte du contenu en eau.
8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, dans lequel la dispersion est effectuée avec un système rotor-stator ou par agitateur à roues dentées.
9. Charge papetière obtenue par un procédé selon l'une des revendications 1 à 8.
10. Utilisation d'une charge papetière selon la revendication 9 en tant que charge lors de la production de papier.
11. Utilisation selon la revendication 10, dans laquelle, en tant que charge, un mélange de la charge papetière selon la revendication 9 avec d'autres charges est employé.

**Fig.1**

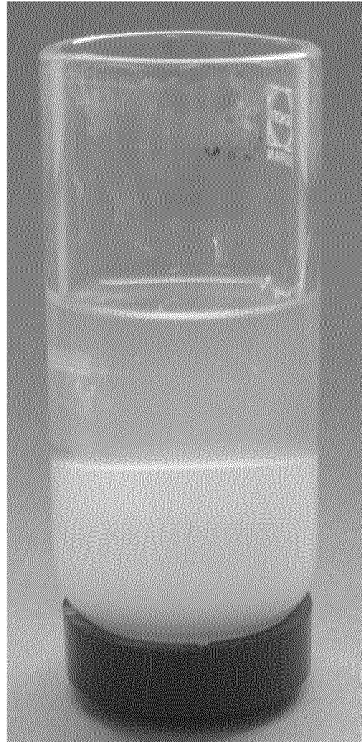


Fig.2

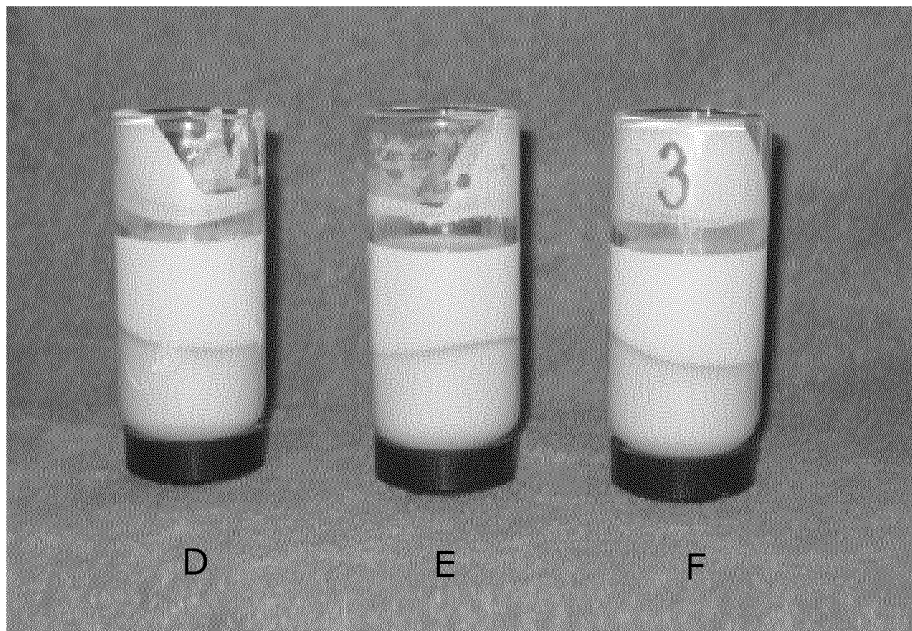


Fig.3

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- US 4295933 A **[0004]**
- US 4272297 A **[0005]**
- US 20120199304 A1 **[0006]**
- WO 2013107933 A1 **[0007]**