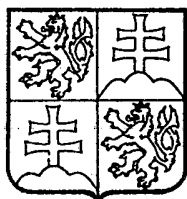


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(22) 17.09.90

(32) 18.09.89

(31) 89/393109

(33) DE

(40) 15.01.92

(21) 04522-90.S

(13) A3

5(51) C 09 C 1/48

(71) DEGUSSA AKTIENGESELLSCHAFT, Frankfurt am Main, DE

(72) Kiss Akos dr., Alzenau-Wasserlos, DE
Speer Dietrich dr., Hanau, DE
Kleinschmit Peter dr., Hanau, DE
Horst Jenny, Gelnhausen, DE

(54) Způsob výroby šedočerných zapouzdřených pigmentů

(57) Výroba šedočerných zapouzdřených pigmentů na bázi křemičitanu zirkoničitého jako materiálu pouzdra a částic sazí jako uzavřené fáze probíhá žitím směsí oxidu zirkoničitého, zdroje oxidu křemičitého, sazí a mineralizátoru, za redukčních podmínek při teplotě 900 až 1400 °C. Podstata způsobu spočívá v tom, že se použijí zeolity s molárním poměrem oxid křemičitý/oxid hlinitý větším než čtyři, výhodně větším než 10, jako zdroj oxidu křemičitého. Za použití látky zprostředkují cíl přilnavost se dá zvýšit hloubka barevnosti. Použití zeolitů umožňuje využití různých kvalit zeolitů a dovoluje výrobu pigmentů s vyšším stupněm zapouzdření sazí.

Vynález se týká způsobu výroby šedočerných zapouzdřených pigmentů na basi křemičitanu zirkoničitého jako látky tvořící pouzdro, ve které jsou uzavřeny částice sazí jako diskretní fáze, žíháním oxidu zirkoničitého, ~~jako~~ zdroje oxidu křemičitého, sazí a mineralizátorů ve směsi za redukujících podmínek při teplotě v rozmezí 900 až 1400 °C, přičemž jako zdroj oxidu křemičitého se použijí zeolity s molárním poměrem oxid křemičitý/oxid hlinitý, který je větší než 4.

Zapouzdřené pigmenty jsou například známe z DE-PS 23 12 535 . Sestávají z průhledných krystalů látek stabilních v glazuře, jako je například křemičitan zirkoničitý, oxid zirkoničitý nebo oxid cíničitý, ve kterých jsou zapouzdřeny anorganické, bezvodé barevné sloučeniny jako diskretní fáze. Jako barevné sloučeniny jsou uváděny Thénardova modř, titanová žluť a obzvláště kadmiová žluť a kadmiová červen. Známá je také zirkonželezitá růž se zapouzdřeným oxidem železitým v křemičitanu zirkoničitém jako obalové látce. Výroba takovýchto zapouzdřených pigmentů probíhá žíháním látek tvořících pouzdro, popřípadě

jejich výchozích produktů, a zapouzdřovaných barevných látek, popřípadě jejich výchozích produktů, za nepřítomnosti mineralizátorů na teplotu až 1400 °C .

V DE-OS č. 39 06 818.8

jsou poprvé popsány šedočerné zapouzdřené pigmenty, které jsou vhodné ke zbarvování glazur pro keramické účely. Tyto šedočerné zapouzdřené pigmenty mají jako látku tvořící pouzdro křemičitan zirkoničitý, ve kterém jsou zapouzdřeny částice sazí se specifickým povrchem 10 až 1000 m²/g .

Výroba těchto šedočerných zapouzdřených pigmentů probíhá žíháním směsi oxidu zirkoničitého, oxidu křemičitého a sazí za přítomnosti mineralizátorů za redukujících podmínek v odkrytých kelímcích, přičemž oxid zirkoničitý musí mít rozdělení zrnitosti (hodnota D50) mezi 7 a 10 μm a specifický povrch mezi 2 a 4 m²/g a používají se saze se specifickým povrchem v rozmezí 10 až 1000 m²/g v množství až 50 % hmotnostních, vztaženo na křemičitan zirkoničitý. Tato směs se zahřeje ~~na~~ pokud možno vysokou rychlostí na teplotu v rozmezí 900 až 1400 °C a potom se žíhá po dobu 0,5 až 8 hodin. Po tomto procesu žíhání se pro odstranění nezapouzdřeného podílu sazí

provede dodatečné žíhání za oxidačních podmínek.

Sedočekné pigmenty, dostupné výše popsaným způsobem, jsou barevně neutrální, mají tedy v CIE-Lab-Labsystem (viz Deutsche Industrie Normen DIN 5033, 6164, 6174) hodnoty a a b blízké nule. Hodnoty jasnosti (100 = bílá, 0 = černá) transparentní glazury, obsahující 5 % barevných tělísek, vypálené po dobu 1 hodiny při teplotě 1060 °C, jsou všeobecně vyšší než 40.

Se stoupajícím stupněm zapouzdření sazí hodnota jasnosti L klesá, z čehož vyplývá, že při výrobě pigmentu by mělo být pokud možno velké množství sazí zapouzdřeno. Při výše uvedeném způsobu není možné, jak bylo prokázáno při analýzách, zvýšit koncentraci sazí přes 0,5 % hmotnostních, vztaženo na křemičitan zirkoničitý. Aby se při konstantní koncentraci pigmentu 5 % hmotnostních v transparentní glazuře dosáhlo podstatně nižších hodnot L než 40, je třeba vypracovat nový způsob výroby různých zapouzdřených pigmentů, u kterých by se podíl zapouzdřených sazí zvýšil.

Další omezení dosavadního způsobu výroby pigmentů ze zapouzdřených sazí je třeba vidět

v tom, že je možno použít pouze speciální oxid zirkoničitý, aby bylo umožněno zapouzdření sazí. Použití oxidu zirkoničitého s rozdělením zrnitosti mimo rozmezí 7 až 10 μm a specifický povrch 2 až 4 m^2/g vede pouze k bílým nebo světle šedým produktům bez zapouzdření sazí.

Úkolem předloženého vynálezu tedy je vypracování způsobu výroby šedočerných zapouzdřených pigmentů na basi částic sazí, zapouzdřených do křemičitanu zirkoničitého, který by umožňoval výrobu pokud možno tmavých pigmentů s hodnotami L v koncentraci 5 % hmotnostních v transparentní glazuře pod 40. Další úkol spočívá v tom, aby se rozšířila možnost volby použitelných oxidů zirkoničitých, přičemž při použití jiných kvalit oxidu zirkoničitého, než jaké byly dosud výhradně považovány za vhodné, mohou pigmenty dosáhnout hodnoty L přes 40.

Výše uváděné nevýhody byly odstraněny vypracováním způsobu podle předloženého vynálezu pro výrobu šedočerných ~~pigmentů~~ zapouzdřených pigmentů na basi křemičitanu zirkoničitého jako jako látky tvořící pouzdro, do kterého jsou zapouzdřeny částice sazí jako diskretní fáze, 0,5 až osmihodinovým žháním smě-

si, obsahující oxid zirkoničitý, zdroj oxidu křemičitého, saze a mineralizátory, za redukčních podmínek při teplotě v rozmezí 900 až 1400 °C ,

jehož podstata spočívá v tom, že se jako zdroj oxidu křemičitého použijí zeolity s molárním poměrem oxid křemičitý/oxid hlinitý větším než ~~4:1~~ , obzvláště větším než 10 .

Opatřením podle předloženého vynálezu, totiž použitím zeolitů s molárním poměrem oxidu křemičitého ku oxidu hlinitému větším než 10 , se dosáhne toho, že se zvýší zapouzdření sazí do pouzdra z křemičitanu zirkoničitého na hodnotu nad 0,5 % hmotnostních, až asi do 1 % hmotnostního. Podle způsobu popsaného v DE-OS č. 39 06 818 jsou naproti tomu dostupné šedočerné pigmenty se zapouzdřením v oblasti 0,2 až 0,5 % hmotnostních. Zvýšená hodnota zapouzdření sazí u pigmentů, vyrobených podle předloženého vynálezu, odpovídá L-hodnotě pod 40 ve standardní transparentní glazuře, zabarvené za standardních podmínek 5 % hmotnostními pigmentu ; podle předloženého vynálezu se dají vyrobit pigmenty, které poskytují L-hodnoty za výše uvedených standardních podmínek v rozmezí 20 až 40 , výhodně v rozmezí 25 až 35 .

Jako zdroj oxidu křemičitého pro tvorbu křemičitanu zirkoničitého se používají, jak je výše uvedeno, zeolity s molárním poměrem oxid křemičitý/oxid hlinitý větší než 4. Mohou se sice použít Y-zeolity nebo X-zeolity s modulem oxid křemičitý/oxid hlinitý větším než 4, avšak použitím převážně dealuminovaných zeolitů se podaří získat barevně intenzivnější pigmenty. Výhodně se tedy používají zeolity s modulem (= molárním poměrem) oxid křemičitý/oxid hlinitý asi 10 nebo obzvláště výhodně vyšším, jako jsou například zeolity typu ZSM 5 s modulem asi okolo 30 a se zeolity ZSM 5, popřípadě ZSM 11, strukturně stejné takzvané silikality, s ještě nižším obsahem hliníku. Zeolity s obsahem hliníku nižším než 1 % hmotnostní, vztaženo na celkový obsah křemíku a hliníku, kam se počítají také silikality, jsou obzvláště výhodné.

Žíhaná směs může kromě zeolitů s modulem oxid křemičitý/oxid hlinitý vyšším než 4, obsahovat dodatečně také další zdroje oxidu křemičitého, jako je například křemen, jakož i srážená nebo pyrogenní kyselina křemičitá. Jaké množství těchto dodatečných zdrojů oxidu křemičitého se má použít, je třeba zjistit předběžným pokusem. Výhodné je, když se

použije zeolit jako jediný zdroj oxidu křemičitého.

Oxid zirkoničitý a oxid křemičitý ve formě zeolitu, zahrnující popřípadě dodatečně přítomný jiný zdroj oxidu křemičitého, se výhodně používají v ekimolárním množství, aby se vytvořilo zapouzdření křemičitanu zirkoničitého. Přebytek až 20 % molových oxidu zirkoničitého nepůsobí podstatně na tvorbu barevných tělísek, naproti tomu přebytek oxidu křemičitého vede k nežádoucímu zvýšení L-hodnoty tvořeného pigmentu.

Kromě kvality oxidu zirkoničitého, se zřetelem na specifické hodnoty velikosti částic a specifického povrchu, který se může výhraň používat při výše uvedeném známém způsobu (DE-OS č. 39 06 817), je možné nyní také používat také typy oxidu zirkoničitého, jejichž hodnota D50 pro rozdělení zrnitosti je menší než 7 μm , popřípadě větší než 10 μm a jejichž specifický povrch je větší než 4 m^2/g . Samotné použití baddeleyitu, přírodně se vyskytujícího minerálu oxidu zirkoničitého, umožňuje tvorbu zapouzdřeného pigmentu na bási sazí a křemičitanu zirkoničitého, ačkoliv zde dosažitelné hodnoty L jsou vyšší než 40.

Do zapouzdření křemičitanu zirkoničitého je možno podle předloženého vynálezu uzavřít různé saze. Výhodné jsou saze se specifickým povrchem v rozmezí 10 až 1000 m²/g, obzvláště v rozmezí 30 až 120 m²/g, a aglomerační velikosti v rozmezí 1 až 15 μ m.

Přítomnost mineralizátorů je pro tvorbu barevných tělísek naléhavě důležitá. Vhodné mineralizátory jsou obzvláště fluoridy lithia, sodíku, hořčíku a vápníku; obzvláště výhodný je fluorid vápenatý. Optimální množství mineralizátoru se dá lehce zjistit předběžným pokusem. Všeobecně se dosáhnou velmi dobré výsledky při použití 0,05 až 0,2 mol fluoridu vápenatého na jeden mol oxidu zirkoničitého.

Z EP-A O 294 664 je známo, že se pro výrobu zapouzdřených pigmentů na bázi křemičitanu zirkoničitého jako látky tvořící pouzdro, používají barvotvorné látky nebo jedna nebo více výchozích látek barvotvorných substancí vázané v a/nebo na zeolitu. Jako výhodné byly považovány zeolity s modulem oxidu křemičitého/oxidu hlinitý v rozmezí 1 až 10, aby bylo možno výchozí sloučeniny barvotvorných substancí zabudovat výměnou iontů nebo na vnitřní povrch pórů do zeolitů.

Že se dá způsobem podle předloženého vynálezu zvýšit stupeň zapouzdření sazí do křemičitanu zirkoničitého použitím zeolitů s vysokým modulem oxid křemičitý/oxid hlinitý jako zdroje oxidu křemičitého, nebylo možno očekávat, neboť částice sazí, přidávané do žíhané směsi, mají velikost částic, která je větší než šířka pórů použitého zeolitu.

Součásti žíhané vsázky se před žíháním důkladně smísí a homogenizují. Vztaženo na křemičitan zirkoničitý obsahuje směs až 50 % hmotnostních sazí, výhodně 10 až 30 % hmotnostních, přičemž saze s hodnotou D₅₀ pod 2 μm jsou obzvláště výhodné. Obzvláště intenzivním společným mletím všech součástí ve mlýně s vysokými stříhovými silami, například ve vysokootáčkovém drtiči, se dají získat barevně intenzivnější pigmenty, než při předběžném zpracování v běžném kulovém mlýně.

Žíhací proces probíhá o sobě známým způsobem při teplotě v rozmezí 900 až 1400 °C, výhodně při teplotě v rozmezí 1000 až 1300 °C, po dobu 0,5 až 8 hodin, výhodně 1 až 2 hodiny při 1200 °C.

Žíhaná směs se výhodně do

přivádí do pece v předem zhutněném stavu, aby se urychlila reakce v pevné fázi mezi oxidem zirkoničitým a zdrojem oxidu křemičitého. Aby se zajistila redukční atmosféra, překryje se žíhaná směs, nacházející se v zakrytém žáruvzdorném kelímku, například šamotovém nebo korundovém kelímku, vrstvou cukru nebo výhodně sazí. Stupeň zahřívání k dosažení teploty žíhání může být v rozmezí 200 až 1000 K/h ; stupeň zahřívání okolo 500 K/h je výhodný. Po procesu žíhání se barevná tělíska, po případném následujícím rozmělnění, oxidačně dožíhávají, výhodně asi po dobu jedné hodiny při teplotě asi 1000 °C na vzduchu, aby se spálily částice sazí, které nebyly zapouzdřeny křemičitanem zirkoničitým.

Podle výhodné formy provedení způsobu podle vynálezu obsahuje žíhaná směs dodatečně ke zdroji oxidu křemičitého, oxidu zirkoničitému, sazím a mineralizátoru kapalný netěkavý zprostředkovatel přilnavosti. Tato látka se mísí společně s ostatními součástmi směsi. Tímto způsobem se dají vyrobit barevně intenzivní pigmenty. Funkci zprostředkovatele přilnavosti je třeba vidět v tom, že dochází ~~kxxxvxxxh~~ k intenzivnímu kontaktu částic, zúčastňujících se na tvorbě zapouzdřeného pigmentu. Jako kapalně, netěkavé látky zprostředkující přilnavost přicházejí v úvahu takové slou-

čeniny, které mají vysokou afinitu jak k hydrofobnímu povrchu sazí, tak také k povrchu zeolitu a mají vysokou tepelnou stabilitu. Obzvláště vhodné zprostředkovatele přilnavosti jsou silikonové oleje, které se do žíhané směsi přidávají v množství pod 10 % hmotnostních, výhodně 3 až 7 % hmotnostních, vztaženo na směs. Aby se zaručilo homogenní rozptýlení zprostředkovatele přilnavosti, je výhodné, když se pro snížení viskozity rozpustí v nízkoviskosním rozpouštědle a v této formě se přidávají do žíhané směsi a dobře se promísí. Pro silikonové oleje je dobře vhodný petrolether.

Barevně neutrálné zapouzdřené pigmenty, vyrobené způsobem podle předloženého vynálezu jsou šedočerné, přičemž jsou dostupné jednoduchým způsobem a s nepatrnými odlišnostmi mezi jednotlivými šaržemi. Tyto produkty mají v 5% koncentraci ve standardní transparentní glazuře L-hodnotu hluboko pod 40 . Paletu použitelných oxidů zirkoničitých bylo možno rozšířit. Další výhoda pigmentů, připravených podle předloženého vynálezu spočívá v jejich stabilitě při namletí.

Šedočerné zapouzdřené pigmenty ~~xxxxxxxxxxxx~~ podle předloženého vynálezu se mohou

použít k barvení glazur a tekutých sklovin.

Následující příklady provedení slouží k bližšímu objasnění způsobu podle předloženého vynálezu.

P ř í k l a d 1 až 5

Zapouzdřené pigmenty za použití různých kvalit oxidu zirkoničitého

Směs obsahující 3,25 g silikalu (méně než 1 % hmotnostní oxidu hlinitého) , 1,25 g sazí (hodnota D50 1,3 μ m, specifický povrch 60 m²/g) , 6,0 g oxidu zirkoničitého (data uvedena v následující tabulce) , 0,39 g fluoridu vápenatého a 0,5 g silikonového oleje v 1 g petroletheru, se mísí po dobu 5 minut ve vysokootáčkovém drtiči, ve lisovníkové peci se zahřeje rychlostí 1000 K/h a po dobu jedné hodiny se za redukčních podmínek žihá při teplotě 1200 °C . Potom se běžným způsobem za účelem spálení nezapouzdřených částic sazí dále žihá na vzduchu při teplotě 1000 °C. Barevné hodnoty L , a , b byly zjišťovány v transparentní glazuře, obsahující 5 % hmotnostních pigmentu.

T a b u l k a

př. ZrO ₂	1	2	3	4	5
hodnota D50 (μm)	9,3	3,4	3,9	6,6	33,7
spec. povrch (m ² /g)	2,2	6,6	5,2	5,2	2,9

barevné hodnoty

L	27,73	30,01	37,67	37,70	37,08
a	-0,1	-0,05	-0,08	-0,03	-0,04
b	0,17	0,16	0,51	0,80	0,43

P ř í k l a d 6 až 9

V tavulce uvedené směsi se
mísí ve vysokootáčkovém drtiči po dobu 5 minut a po-
tom se v komorové peci zahřeje v redukční atmosféře

uvedenými rychlostmi zahřívání a potom se vždy po dobu jedné hodiny žíhají při teplotě 1200 °C . Po jednohodinovém dožívání při teplotě 1000 °C na vzduchu se zjišťují barevné hodnoty L, a, b v transparentní glazuře, obsahující 5 % hmotnostních pigmentu. Obsah oxidu hlinitého použitého silikalitu je pod 1 % hmotnostní ; saze mají hodnotu D50 1,3 μ m a specifický povrch 60 m²/g . Oxid zirkoničitý má hodnotu D50 9,3 μ m a specifický povrch 2,2 m²/g .

T a b u l k a

příklad	6	7	8	9
silikalit (g)	6,5		6,5	
oxid zirkoničitý (g)	12,0		12,0	
saze (g)	5,0		5,0	
fluorid vápenatý (g)	0,78		0,78	
silikonový olej (g)	1,0		-	
rychlost zahřívání (K/h)	300	500	300	500

T a b u l k a (pokračování)

příklad	6	7	8	9
barevné hodnoty				
L	28,55	25,31	30,58	27,70
a	-0,06	-0,07	-0,05	-0,07
b	0,22	0,41	0,43	0,03

Srovnání příkladů 6 a 7 ,
popřípadě 8 a 9 ukazuje vliv rychlosti zahřívání na
tvorbu barevných tělísek, přičemž jako výhodnější se
ukázala rychlost 500 K/h proti 300 K/h.

Srovnání příkladů 6 a 8 ,
popřípadě 7 a 9 dále ukazuje vliv na zintenzivnění ba-
revnosti při použití silikonového oleje.

P ř í k l a d 10 a 11

Pro zjištění vlivu intensity míchání, popřípadě mletí, směsi určené k žíhání se následující vsázka mele po dobu jedné hodiny v kulovém mlýně (příklad 10) nebo ve vysokootáčkovém drtiči (příklad 11) . Potom se žihá stejně, jako je uvedeno v příkladě 1 až 5 .

T a b u l k a

příklad	10	11
silikalit (g) (méně než 1 % Al_2O_3)	3,25	
saze (g) ($D_{50}=1,3 \mu\text{m}$, $60 \text{ m}^2/\text{g}$)	2,5	
oxid zirkoničitý (g) ($D_{50}=9,3 \mu\text{m}$, $2,2 \text{ m}^2/\text{g}$)	6,0	
fluorid vápenatý (g)	0,39	
silikonový olej (g)	0,5	
petrolether (g)	1,0	

T a b u l k a (pokračování)

příklad	10	11
druh mletí směsi	kulový mlýn 1 hodina	drtič 5 min
barevné hodnoty (5 % pigmentu v transparentní glazuře)		
L	35,3	30,06
a	-0,05	-0,07
b	0,44	0,12

Barevná tělíska podle příkladu 11 mají hodnotu D50 31,1 μm ~~XXXX~~. Po dvacetiminutovém mletí v kulovém mlýně klesne hodnota D50 na 13,3 μm , hodnota L a b se však změní pouze málo (L = 30,71, a = -0,10, b = 0,18). To znamená, že barevná tělíska jsou stabilní při namletí.

P ř í k l a d 12 a 13

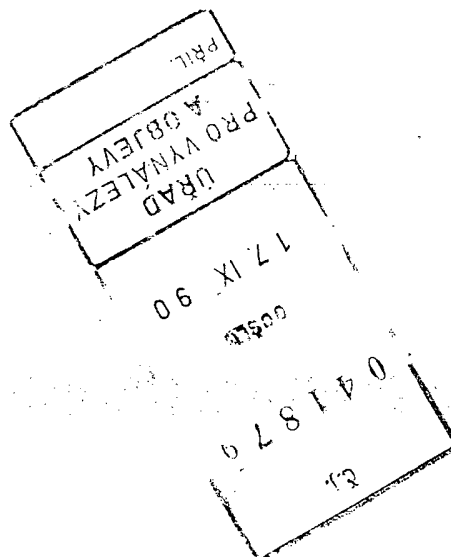
Směs 6,5 g dealuminizovaného Y-zeolitu (obsah oxidu hlinitého pod 1 % hmotnostní, 90 % hmotnostních oxidu křemičitého, 0,11 % hmotnostních oxidu sodného, zbytek vlhkost) , 2,5 g sazí (hodnota D50 = 1,3 μ m, specifický povrch 60 m²/g) , 12,0 g oxidu zirkoničitého (hodnota D50 = 9,3 μ m , specifický povrch 2,2 m²/g) , 0,63 g fluoridu vápenatého, se za nepřítomnosti silikonového oleje (příklad 12) a za přítomnosti silikonového oleje (příklad 13) v množství 1 g ve 2 g petroletheru zpracuje po dobu 5 minut v intenzivním mlýně a potom se v lisovníkové peci žihá při teplotě 1300 °C po dobu jedné hodiny v redukční atmosféře a nakonec se žihá oxidačně. Barevné hodnoty pigmentu v 5% koncentraci v transparentní glazuře vyplývají z následující tabulky.

T a b u l k a

příklad	12	13
L	38,3	35,5
a	-0,12	-0,09
b	1,55	1,2

U specifických povrchů, uvádě-
ných v popisné části a v příkladech provedení, se jedná v
případě sazí o povrch BET/N_2 , v případě oxidu zirko-
ničitého se jedná o zjištěný geometrický povrch.

Předmět vynálezu :



PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby šedočerných zapouzdřených pigmentů na bázi křemičitanu zirkoničitého jako látky tvořící pouzdro, ve kterém jsou uzavřeny částice sazí jako diskrétní fáze, 0,5 až osmihodinovým žíháním směsi obsahující oxid zirkoničitý, zdroj oxidu křemičitého, saze a mineralizátory, za redukčních podmínek při teplotě v rozmezí 900 až 1400 °C ,
v y z n a č u j í c í s e t í m , že se jako zdroj oxidu křemičitého použijí zeolity s molárním poměrem oxid křemičitý/oxid hlinitý větším než 4 .
2. Způsob podle bodu 1 ,
v y z n a č u j í c í s e t í m , že se jako zdroj oxidu křemičitého použijí zeolity s molárním poměrem oxid křemičitý/oxid hlinitý asi 10 nebo větším než 10 .
3. Způsob podle bodu 2 ,
v y z n a č u j í c í s e t í m , že se použijí zeolity s obsahem hliníku pod 1 % hmotnostní, výhodně tak-

zvané silikalitty.

4. Způsob podle bodů 1 až 3 ,
v y z n a ě u j í c í s e t í m , že se oxid zirkoničitý a oxid křemičitý ve formě zeolitu, použijí v ekvymolárním množství.
5. Způsob podle bodů 1 až 4 ,
v y z n a ě u j í c í s e t í m , že se jako mineralizátor použije sloučenina vybraná ze skupiny zahrnující fluorid lithný, fluorid sodný, fluorid hořečnatý nebo fluorid vápenatý, přičemž výhodný je fluorid vápenatý.
6. Způsob podle bodu 1 až 5 ,
v y z n a ě u j í c í s e t í m , že se oxid zirkoničitý, zdroj oxidu křemičitého, saze a mineralizátor intenzivně mísí společně za přítomnosti kapalné, netěkavé látky, zprostředkující přilnavost.
7. Způsob podle bodu 6 ,
v y z n a ě u j í c í s e t í m , že se jako látka zprostředkující přilnavost používá silikonový olej v množství pod 10 % hmotnostních, vztaženo na říhanou směs.

8. Způsob podle bodu 1 až 7 ,
v y z n a č u j í c í s e t í m , že se použijí saze
se specifickým povrchem 30 až 120 m²/g a velikosti aglo-
merátů 1 až 15 μ m v množství 10 až 30 % hmotnostních,
vztaženo na žíhanou směs.

Zastupuje :

