

# PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

**2003 - 2866**

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **12.03.2002**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **28.03.2001**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **2001/10115544**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **14.01.2004**  
(Věstník č. 1/2004)

(86) PCT číslo: **PCT/DE02/00863**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO02/077107**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>:

**C 09 C 1/36**

(71) Přihlašovatel:

KRONOS TITAN GMBH & CO. OHG, Leverkusen,  
DE;

(72) Původce:

Bender Jürgen, Monheim, DE;  
Blümel Siegfried, Ratingen, DE;  
Schmitt Volker, Leichlingen, DE;  
Vielhaber-Kirsch Brigitte, Overath, DE;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1, Praha 4,  
14000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Složení pigmentu na bázi oxidu titaničitého**

(57) Anotace:

Směs pigmentů na bázi oxidu titaničitého, obsahující typ pigmentu A s vysokou stálostí proti zšednutí a typ pigmentu B, mající při vločkovitém srážení zvýšený obsah  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , zajišťuje např. v papírech vysokou opacitu při dostatečné stálosti proti zšednutí. Je-li to nutné, může být stálost daného papíru na světle ještě zvýšena známými, výrobou podmíněnými opatřeními u typu pigmentu B.

**CZ 2003 - 2866 A3**

Oblast techniky

## Vynález

se vztahuje ke složení titandioxidového pigmentu.

Dosavadní stav techniky

U bílých papírů se pro určité aplikace požaduje vysoká opacita (neprůhlednost), vysoká světlost při pokud možno neutrálním barevném tónu a dobrá stálost proti šednutí či stálost na světle. Jsou známy pigmenty na bázi oxidu titaničitého (laminátové pigmenty) s nízkou tendencí k šednutí. Zpracovatelný podíl těchto pigmentů do papírů je ale často omezen, jelikož při příliš vysoké koncentraci pigmentu fyzikální vlastnosti papíru, jako např. dostatečná pevnost v tahu za mokra, již nepostačují daným nárokům. Dosažitelná opacita má proto s obvyklými pigmenty své meze.

O pigmentech na bázi oxidu titaničitého, jež jsou obzvlášť vhodné pro výrobu (matných) disperzních barev, je známo (US 3 510 335), že jejich krycí schopnost může být zvýšena zvláštním způsobem dodatečného zpracování. Jsou relativně vysoko (minimálně 5 % hmotn.) pokryty vrstvou oxidu křemičitého a hlinitého, přičemž daným způsobem dopadání se usiluje o co možná nejobjemnější, nejporéznější, nejvložkovitější, nejrypřejší, nejprachovější nanášení příslušné vrstvy. Její stálost proti zšednutí však není dostatečná.

Ukázalo se rovněž, že ani „klasický laminátový pigment“ s přídatnou úpravou „příslušného pigmentu disperzní barvy“ ani

„pigment disperzní barvy“ s přídavnou konečnou úpravou „laminátového pigmentu“ se nehodí pro určité aplikace.

Od zlepšeného laminátového pigmentu se proto očekává, že při stejné výšce pigmentace a nezměněných fyzikálních vlastnostech, zejména pevnosti v tahu za mokra, se docílí vyšší opacity. Je také samozřejmě žádoucím cílem, když pro požadovanou opacitu může být pigmentová vložka redukována zlepšeným pigmentem.

Překvapivě výše uvedenou úlohu neřeší jednotlivý pigment, nýbrž směs pigmentů na bázi oxidu titaničitého z obou typů pigmentu, laminátového pigmentu a pigmentu disperzní barvy pigmentu. Bylo zjištěno, že přídavek pigmentu se zvlášť vysokou konečnou úpravou, druhu určitého pomocného či aktivačního pigmentu („Boosterpigment“), ke klasickému laminátovému pigmentu vede ke směsi pigmentů, s níž je dosaženo výše popsaného žádoucího zlepšení opacity při dostatečném zšednutí, světlosti a pevnosti v tahu za mokra.

### Podstata vynálezu

Vynález se týká směsi pigmentu s vysokou stálostí proti šednutí, typického laminátového pigmentu (typ pigmentu A), se zvláštním pigmentem disperzní barvy (typ pigmentu B), která je charakterizována zvýšeným obsahem  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve vločkovité formě.

Tím jsou dosaženy zlepšené hodnoty ohledně opacity při dostatečném zšednutí, světlosti a pevnosti v tahu za mokra. Ze zvýšení opacity při stejném použitém množství  $\text{TiO}_2$ , popřípadě možnosti docílení

nezměněné opacity s redukováným použitím  $\text{TiO}_2$ -pigmentu, vyplývají jak technické tak hospodářské výhody.

Další výhodná ztělesnění jsou popsána v dále uvedených nárocích. Vynález je v následujícím textu vysvětlen na dalších příkladech.

Jako typ pigmentu A přicházejí v úvahu dodatečně upravené pigmenty na bázi oxidu titaničitého, jejichž základní kostra může být vyrobena podle sulfátového (SP) nebo chloridového (CP) způsobu, a jež mají přednostně rutilovou strukturu. Základní kostra nemusí být stabilizována, upřednostňuje se však speciální stabilizace: u základní kostry CP přimíšením hliníku v množství 0,3 – 3,0 % hmotn. (počítáno jako  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) a přebytkem kyslíku v plynné fázi při oxidaci tetrachloridu titaničitého na oxid titaničitý v minimálním množství 2 %; u základní kostry SP přimíšením např. Al, Sb, Nb nebo Zn (aby se získala dostatečně vysoká světlost, upřednostňuje se „lehká“ stabilizace přednostně s Al, popřípadě při vyšších množstvích hlinitých přimísenin kompenzace s antimonem).

Pigmenty jsou v typickém případě dodatečně upravovány anorganicky sloučeninami hliníku, fosforu, případně křemíku. Dodatečná úprava sloučeninami ceru, případně dusičnany, případně sloučeninami zinku slouží právě tak jako temperování při teplotách mezi 200 až 700 °C, přednostně 400 až 600 °C, ke zlepšení stálosti laminátu proti šednutí.

Typ pigmentu A může být také charakterizován svou hodnotou stálosti na světle, posuzováno v laminátu: na modré Wollově stupnici (ISO 4586-2) je stupně většího než 6; hodnota šednutí CIELAB  $\Delta L^*$  DIN 6174) je menší než 1,5 po 96 hodinách osvětlení v Xenotestu.

Pigmenty s vysokou stálostí proti šednutí (typ pigmentu A) jsou v obchodě získávány např. pod typovým označením KRONOS® 2080, 2081, 2084 a 2087.

Jako typ pigmentu B přicházejí v úvahu dodatečně upravené pigmenty na bázi oxidu titaničitého, jejichž základní kostra může být vyrobena podle způsobu SP nebo CP a jež mají přednostně rutilovou strukturu. Přednostně je základní kostra rovněž stabilizována: u základní kostry CP přimíšením hliníku v množství 0,3 – 3,0 % hmotn. (počítáno jako  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) a nadbytkem kyslíku při oxidaci  $\text{TiCl}_4$  na  $\text{TiO}_2$  v plynné fázi od 2 do 15 %; u základní kostry SP přimíšením např. s Al, Sb, Nb nebo Zn (aby se získala dostatečně vysoká světlost, je upřednostněna „lehká“ stabilizace s Al, popřípadě při větších množstvích přimísenin Al kompenzace s antimonem).

Pigmenty jsou relativně vysoce anorganicky upravovány sloučeninami hliníku a křemíku, obsah hliníku (počítán jako  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) činí minimálně 2 % hmotn., obsah křemíku (počítán jako  $\text{SiO}_2$  minimálně 3 % hmotn., přičemž součet podílů Al a Si (počítán jako oxid) činí minimálně 7 % hmotn.

Obzvláštním charakteristickým znamením typu pigmentu B je podle vynálezu vytváření vločkovité, kypré či sypké anorganické slupky dodatečné úpravy na základní kostře. Usiluje se o co možná nejobjemnější, nejporéznější, nejvločkovitější, nejsypší, nejchmýřovitější nanášení příslušné vrstvy (např. popsané v US 3 510 335), do jisté míry protiklad kompaktní těsné úpravy povrchové vrstvy („dense-skin-Behandlung“) (popsané např. v US 2 885 366). Při kompaktní úpravě povrchové vrstvy má slupka či obal konečné

úpravy obklopit pokud možno bez mezery částice  $\text{TiO}_2$ , aby se redukoval nežádoucí fotokatalytický efekt pigmentu  $\text{TiO}_2$  na okolní matrici. Vločkovitost oxidové nebo oxihydrátové vrstvy u typu pigmentu B způsobuje proti tomu zlepšení rozdělení pigmentu v matrici a přispívá rozhodující měrou ke zvýšení opacity. Sypce se srážející vrstva anorganického oxidu nebo oxihydrátu na jádru z  $\text{TiO}_2$  působí jako držák příslušné vzdálenosti mezi rozptýlenými částicemi.

Typ pigmentu B může být charakterizován rovněž hodnotami příslušných vlastností. K tomu se hodí veličiny, jež jsou ovlivňovány „nerovnostmi“, popřípadě uzavřeností pláště či obalu konečné úpravy. Mírou nerovnosti je např. olejové číslo nebo specifický povrch; mírou neúplného pokrytí je například rozpustnost pigmentu v  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (pigment se disperguje v koncentrované kyselině sírové a suspenze se udržuje jednu hodinu při  $175\text{ }^\circ\text{C}$ ; po filtraci se ve filtrátu určí rozpustný  $\text{TiO}_2$ ): typ pigmentu B podle vynálezu má zvýšené olejové číslo (minimálně 25) nebo relativně vysokou rozpustnost v  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (minimálně 15 %  $\text{TiO}_2$  je rozpuštěno).

Směs pigmentů podle vynálezu může být také charakterizována hodnotami příslušných vlastností, posuzováno v laminátu:

Následující hodnoty se vztahují k papírům s obsahem popela  $40 \pm 1$  % a plošnou hmotností (gramáží)  $100 \pm 1\text{ g/m}^2$ :

- a) opacita
  - i) CIELAB  $L^*_{\text{černá}} \geq 90,0$
  - ii) hodnota opacity  $L \geq 90,7$
- b) stálost na světle
  - i) modrá Wollova stupnice: stupeň  $> 6$
  - ii) CIELAB  $\Delta I^* < 2,0$

Se směsí pigmentů podle vynálezu se dosáhne zatížení na mezi pevnosti příslušného papíru (vyrobeného na laboratorním přístroji na výrobu zkušebních listů) v hodnotě minimálně 3,7 N.

Všechny požadavky z laminátové oblasti jsou směsí pigmentů podle vynálezu splněny.

Další výhodná zlepšení pro typ pigmentu B, zejména ohledně stálosti zřednutí laminátu, jsou možná zejména pomocí následujících opatření:

a) Další přísady sloučenin ceru, zinku nebo dusičnanových sloučenin během dodatečné úpravy nebo v případě dusičnanu zvlášť výhodně k filtrační pastě před sušením. Právě tak je možné přidávání dusičnanových sloučenin během závěrečného mletí pigmentu.

b) Před dodatečnou úpravou, která vede ve smyslu tohoto vynálezu k sypkému či kyprému obalu konečné úpravy ze  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , se provede první dodatečná úprava, která odpovídá téže dodatečné úpravě typu pigmentu A.

#### Příklady provedení vynálezu

##### Pigment A1

Podle způsobu CP vyrobený, s 5,5 – 7,5 % hmotn. \* hlinité sloučeniny (počítáno jako  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), 1,0 – 3,0 % hmotn. sloučeniny fosforu (počítáno jako  $\text{P}_2\text{O}_5$ ) a navíc s 0,18 – 0,24 % hmotn. dusičnanu dodatečně upravený rutilový pigment; hodnoty uvedených vlastností jsou shrnuty v tabulce 1. Podobný typický „laminátový pigment“ je např. k dosažení v obchodě pod označením KRONOS® 2080.

\* všechny údaje hmotnostních procent pro látky z dodatečné úpravy se vztahují v daných příkladech na použitou základní kostru

### Pigment B1

Pigment na bázi speciálně nestabilizované, podle způsobu SP vyrobené základní kostry s rutilovou strukturou. Pigment je poměrně vysoce anorganicky dodatečně upravován, přičemž vhodným vedením příslušného postupu (výroba mleté kaše při hodnotě pH 10,5; přidání 2,5 % hmotn.  $H_2SO_4$ ; a 5,1 % hmotn.  $SiO_2$  ve formě roztoku křemičitanu sodného během 30 minut; další snížení pH po 30 minutách retenční doby přidavkem 2,5 % hmotn.  $H_2SO_4$ ; přidání 5,1 % hmotn.  $SiO_2$  ve formě roztoku křemičitanu sodného; po 30 minutách míchání přidání 2,3 % hmotn. ve formě roztoku síranu hlinitého během 45 minut a 90 minut míchání; opětovné přidání 2,9 % hmotn.  $Al_2O_3$  ve formě roztoku hlinitanu sodného; po 60 minutách retenční doby následuje promývání a sušení) se dosáhne vločkovitého vysrážení dané vrstvy oxidu. Hodnoty příslušných vlastností jsou uvedeny v tabulce 1.

### Pigment B2

Pigment na bázi ne zvlášť stabilizované, mleté základní látky s rutilovou strukturou jako v pigmentu B1. Vločkovité srážení přidáním 3,2 % hmotn.  $H_2SO_4$  během 30 minut a potom 3,2 % hmotn.  $SiO_2$  ve formě roztoku křemičitanu sodného během 30 minut; pak se přidá 3,5 % hmotn.  $Al_2O_3$  ve formě roztoku hlinitanu sodného a nato se míchá 30 minut; poté se přidají 2,0 % hmotn.  $Al_2O_3$  ve formě roztoku síranu hlinitého a suspenze se po retenční době 60 minut zfiltruje. Další zpracování probíhá jako u pigmentu B1; B2 leží ohledně „vločkovitosti“ na spodní hranici pigmentu typu B.

### Pigment B3

Pigment na bázi základní kostry SP stabilizované přidavkem 0,01 % hmotn. hliníku (počítáno jako  $Al_2O_3$ ). Dodatečné zpracování

v průběhu 15 minut s 1,0 % hmotn. jako  $P_2O_5$  ve formě roztoku hydrogenfosforečnanu dvojsodného, během 10 minut s 1,6 % hmotn.  $Al_2O_3$  a během 4 minut s 1,4 % hmotn. ve formě roztoku hlinitanu sodného. Po nastavení hodnoty pH na 4 pomocí  $H_2SO_4$  během 30 minut, přidání 3,0 % hmotn.  $SiO_2$  ve formě roztoku křemičitanu sodného spolu s roztokem síranu hlinitého (100 g  $Al_2O_3$ ) v takovém množství, aby pH zůstalo na konstantní hodnotě 4, jakož i dále přídavek 4,7 % hmotn.  $Al_2O_3$  ve formě roztoku hlinitanu sodného během 12 minut a pak ještě jednou během 15 minut přídavek 2,2 % hmotn.  $Al_2O_3$  ve formě roztoku síranu hlinitého. Hodnoty daných vlastností viz tabulka 1.

#### Pigment B4

Pigment na bázi základní látky SP stabilizované 0,6 % hmotn. Al (počítáno jako  $Al_2O_3$ ); je takový, jak je popsáno pod B1, umlet, dodatečně upraven a po přidání 0,4 % hmotn. dusičnanu ve formě dusičnanu sodného sušen a semlet na filtrační pastu; hodnoty příslušných vlastností viz tabulku 1.

#### Pigment B5

Pigment na bázi kostry SP stabilizované 0,6 % hmotn. Al (počítáno jako  $Al_2O_3$ ). Po mletí se uhněte a hodnota pH se sníží pomocí  $H_2SO_4$  o koncentraci 1,9 % hmotn. Přidání  $SiO_2$  (3,8 % hmotn.) ve formě roztoku křemičitanu sodného během 20 minut, po 10 minutách retenční doby přidání 1,9% (hmotn.)  $H_2SO_4$  kvůli snížení hodnoty pH; opětovné přidání 3,8% hmotn.  $SiO_2$  ve formě křemičitanu

sodného; po 10 minutách míchání přidání 2% hmotn.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve formě roztoku síranu hlinitého, potom přidání 3,2 % hmotn.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve formě hlinitanu sodného; po 60 minutách retenční doby filtrace, promytí, sušení, mletí.

#### Pigment B6

Pigment na bázi základní látky SP stabilizované 0,6 % hmotn. Al (počítáno jako  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Po mletí za mokra se uhněte a hodnota pH se sníží pomocí 2,9% hmotn.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; během 30 minut se přidá 6,0 % hmotn.  $\text{SiO}_2$  ve formě roztoku křemičitanu sodného; retenční doba 10 minut; přidávání 0,7 % hmotn.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve formě roztoku síranu hlinitého během 5 minut, potom 3,7 % hmotn.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve formě roztoku hlinitanu sodného a nakonec dalších 1,1 % hmotn.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve formě roztoku síranu sodného, mezitím se míchá vždy 10 minut. Další zpracování jako u B5.

#### Pigment B7

Tento pigment se liší od pigmentu B6 jen v koncentraci látek pro dodatečnou či konečnou úpravu. Daná množství jsou:

- 4,7 %  $\text{H}_2\text{SO}_4$
- 9,0 %  $\text{SiO}_2$  jako křemičitan sodný během 45 minut
- 0,7 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  jako síran hlinitý
- 3,8 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  jako hlinitan sodný
- 0,9 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  jako síran hlinitý

Všechny ostatní kroky tohoto způsobu jsou srovnatelné.

V tabulce 1 jsou sestaveny typické hodnoty. V protikladu ke standardnímu laminátovému pigmentu (typ pigmentu A) jsou olejové číslo, rozpustnost v  $H_2SO_4$ , povrch BET vyšší.

Pigmenty B1 až B7 splňují sice požadované hodnoty pro opacitu, zde vyjádřenou hodnotami CIELAB  $L^*_{\text{černá}}$  a hodnotou opacity L, avšak stálost zšednutí v laminátu, stejně jako u pigmentu B2 rovněž pevnost v tahu za mokra u papíru nedostatečná.

Posouzení pigmentů, popřípadě směsí pigmentů v laminátech

a) Výroba laminátu (laboratorní měřítko)

Ze 146 g pigmentu na bázi oxidu titaničitého (popřípadě směsi pigmentů) a 254 g vodovodní vody se vyrobí 36,5% vodná suspenze pigmentu. Pro testování se bere za základ 30 g celulózy (sušené v peci). Odpovídající množství suspenze pigmentu se přizpůsobí dané retenci a žádoucímu obsahu popela, zde  $40 \% \pm 1$ , popřípadě plošné hmotnosti (gramáži), zde  $100 \text{ g/m}^2 \pm 1$ . Způsob postupu a použité pomocné látky jsou odborníkovi známy.

Zpryskyřičnatělý arch papíru se ponoří do roztoku pryskyřice a za 25 sekund se v teplovzdušné sušárně při  $130^\circ \text{ C}$  předkondenzuje. Podobně proběhne druhá impregnace. Pryskyřičný roztok činí 129 – 140 % plošné hmotnosti. Arch papíru má zbytkovou vlhkost 4 – 6 % hmotn. Kondenzované archy papíru se složí pomocí pojivových či těsnicích papírů impregnovaných fenolovou pryskyřicí, bílým a černým podkladovým papírem do lisovaných balíků.

Při dané zkoušce se laminátová struktura skládala z 9 vrstev: papír, papír, pojivový papír, pojivový papír, protitah z černého, popřípadě bílého podkladu, pojivový papír, pojivový papír, černý, popřípadě bílý podklad, papír.

Lisování balíků probíhá pomocí laminátového lisu Wickert® typu 2742 při teplotě 140° C a tlaku 90 bar při době lisování 300 sekund.

b) opacita

Opacita je mírou propustnosti nebo prostupu světla (či schopnosti propouštění světla) daného papíru. Jako míra opacity laminátů jsou voleny:

i) CIELAB  $L^*$ <sub>černá</sub>, světlost laminátů měřená přes černý podkladový papír;

ii) hodnota opacity  $L$  [%] =  $Y_{\text{černá}} / Y_{\text{bílá}} \cdot 100$  zjištěná z hodnoty  $Y$  naměřené přes černý podkladový papír ( $Y_{\text{černá}}$ ) a hodnoty  $Y$  naměřené přes bílý podkladový papír ( $Y_{\text{bílá}}$ ).

Tyto hodnoty jsou zjišťovány spektrálním fotometrem ELREPHO 3300).

c) světlostálost

Pro posouzení stálosti zšednutí (světlostálosti) pigmentů na bázi oxidu titaničitého, popřípadě směsí pigmentů jsou při testu (XENOTEST 150S) osvětlovány odpovídající vzorky laminátů. Pro toto posouzení je měřena ta strana laminátu, na níž jsou navzájem slisovány dva papíry.

i) zšednutí CIELAB  $\Delta L^*$

V Xenotestu je měřena světlost CIELAB  $L^*$  podle DIN 6174 před a po 96-hodinovém osvětlení. Zdrojem světla je xenonová oblouková lampa. Teplota ve vnitřním prostoru přístroje činí  $23 \pm 3^\circ \text{C}$ , relativní vlhkost  $65 \pm 5 \%$ . Vzorky jsou osvětlovány v „obráceném chodu“.

ii) modrá Wollova stupnice

Pomocí „Wolloy stupnice“ se posuzuje světlostálost či odolnost na světle na základě ISO 4586-2 (1995).

d) Zatížení na mezi pevnosti za mokra

Pro posouzení zatížení papírů na mezi pevnosti za mokra jsou papíry nejprve uloženy („dozrávány“) 24 hodin při  $105^\circ \text{C}$ . Zkušební proužky o šířce 15 mm jsou proplachovány 5 minut v destilované vodě. Potom jsou mokré proužky testovány pomocí zkušebního trhacího stroje na své zatížení na mezi pevnosti za mokra. Pevnost v tahu za mokra se udává v Newtonech.

e) určování trichromatických složek světla:

Trichromatické složky světla (CIELAB  $L^*$ ,  $-a^*$ ,  $-b^*$ ) jsou určovány podle DIN 6174 pomocí kolorimetru ELREPHO<sup>®</sup> 3300. Jsou měřeny na té straně laminátu, na níž jsou navzájem slisovány dva papíry.

Charakteristické uživatelské hodnoty pro jednotlivé pigmenty a směsi pigmentů (tabulka 2)

Zkouška 1 (standardní laminátový pigment), jen pigment A1

Je použit čistý pigment A1, srovnatelný KRONOS® 2080. Výroba laminátů probíhá podle předem popsaného testovacího způsobu. V tomto případě jsou vyráběny papíry se 40 % popela a 100 g/m<sup>2</sup> plošné hmotnosti. Aby se nastavil obsah popela, přidává se při každé zkoušce k příslušné drti nutné množství suspenze TiO<sub>2</sub>. Požadovaná plošná hmotnost 100 g/m<sup>2</sup> se nastaví daným množstvím celulózové suspenze pigmentu.

Daná použitá množství suspenze TiO<sub>2</sub>, jakož i množství celulózové suspenze pigmentu jsou uvedena v tabulce 2.

Zkouška 2 (standardní pigment disperzní barvy), jen pigment B1

Zkušební pigment B1, který odpovídá standardnímu pigmentu disperzní barvy, se používá až do 100 %. Výsledky zkoušky 2 jsou uvedeny v tabulce 2. Ve srovnání s A1 vykazuje pigment B1 vynikající opacitu. Stálost zřednutí je ale nízká a neakceptovatelná. Dané archy papíru vykázaly kromě toho velmi špatnou pevnost v tahu za mokra, tzn. byly velmi měkké a během impregnace se snadno trhaly.

Zkouška 3 (standardní pigment disperzní barvy), jen pigment B2

Pigment B2 je ve srovnání s pigmentem B1 méně vysoce povrchově zpracováváný standardní pigment disperzní barvy. Pigment se používá čistý. Výsledky testu 3 jsou uvedeny v tabulce 2. Lamináty s pigmentem B2 vykazují značně vyšší opacitu ve srovnání s pigmentem A1 než standard, jsou ale méně dobré ve srovnání s pigmentem B1. Pigment B2 také nevykazuje dostatečnou stálost

proti zšednutí. Ohledně pevnosti v tahu za mokra nejsou žádné nevýhody.

#### Zkouška 4 (směs A1 / B2)

V tomto testu se používá směs pigmentů skládající se z 70 % hmotn. pigmentu A1 a 30 % hmotn. pigmentu B2. Výsledky zkoušky 4 jsou uvedeny v tabulce 2. Tento laminát se směsí pigmentů 70 : 30 vykazuje ve srovnání se zkouškou 1 zlepšenou opacitu. Stálost proti zšednutí je ještě přijatelná.

#### Zkouška 5 (směs A1 / B3)

V této zkoušce se používá směs pigmentů skládající se z 70 % hmotn. A1 a 30 % hmotn. B3. Posledně uvedený pigment je založen na světlé, lehce stabilizované základní látce s „klasickou laminátově pigmentovou“ a přídatnou „dodatečnou úpravou pro pigmenty disperzních barev“. Výsledky zkoušky 5 jsou uvedeny v tabulce 2. Výše uvedená směs pigmentů vede k laminátům se značně zlepšenou opacitou ve srovnání se zkouškou 1, stálost proti zšednutí leží na přijatelné úrovni.

#### Zkouška 6 (směs A1 / B4)

V této zkoušce se používá směs pigmentů skládající se z 70 % hmotn. pigmentu A1 a 30 % hmotn. pigmentu B4. Pigment B4 je povrchově zpracován podobně jako pigment B1, ovšem je vyroben s vysoce stabilizovanou základní látkou. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 2. Je zřejmé, že přechod k vysoce stabilizované základní

látce značně zlepšuje stálost proti zšednutí. Ve srovnání se zkouškou 1 lamináty vykazují značně zlepšenou opacitu. Pevnost v tahu daných papírů za mokra je nižší než u čistého A1, ale je na přijatelné úrovni.

#### Zkouška 7 (směs A1 / B5)

V této zkoušce se používá směs pigmentů skládající se z 70 % hmotn. pigmentu A1 a 30 % hmotn. pigmentu B5. Tento pigment B5 je povrchově zpracován podobně jako pigment B4, ovšem je vyroben s přibližně o 25 % menší povrchovou úpravou  $\text{SiO}_2$ . Výsledky zkoušky 7 jsou uvedeny v tabulce 2. Tato směs vykazuje vzhledem k menší povrchové úpravě  $\text{SiO}_2$  u B5 ve srovnání s B4 oproti zkoušce 6 horší opacitu při srovnatelné stálosti proti zšednutí.

#### Zkouška 8 (směs A1 / B6)

V této zkoušce se používá směs pigmentů skládající se z 70 % hmotn. pigmentu A1 a 30 % hmotn. pigmentu B6. Pigment B6 je povrchově upraven podobně jako pigment B2, avšak s dvojnásobným množstvím  $\text{SiO}_2$ . Nasazuje se vysoce stabilizovaná základní látka jako u B4. Výsledky zkoušky 8 jsou uvedeny v tabulce 2. Opacita vzorku laminátu s touto pigmentovou směsí leží značně nad hodnotou opacity s čistým A1. Pevnost v tahu za mokra je dostatečná, stálost proti zšednutí je dobrá.

### Zkouška 9 (směs A1 / B7)

V této zkoušce se používá směs pigmentů skládající se z 70 % hmotn. pigmentu A1 a 30 % hmotn. pigmentu B7. Pigment B7 je podobně povrchově upraven jako pigment B6. Výsledky zkoušky 9 jsou uvedeny v tabulce 2. Tato směs pigmentů vede na základě oproti zkoušce 8 zvýšeného množství  $\text{SiO}_2$  k laminátu s nejvyššími hodnotami opacity, značně vyššími ve srovnání s čistým pigmentem A1. Stálost zřednutí je na dobré úrovni. Pevnost daných papírů v tahu za mokra s výše uvedenou směsí pigmentů lze tolerovat na vyšší hranici.

Upřednostňují se sestavy pigmentů na bázi oxidu titaničitého, u nichž podíl typu pigmentu B činí 10 až 90 % hmotn., přičemž zvláště upřednostněn je rozsah 30 až 50 % hmotn.

Pigment	A1	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7
Množství dodatečné úpravy Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (% vztaheno na zákl. látku	6,5	5,2	5,5	10,2	5,2	5,2	5,5	5,4
Množství dodatečné úpravy SiO <sub>2</sub> (% vztaheno na zákl. látku)	<0,01	10,2	3,2	3,0	10,2	7,6	6,0	9,0
Olejoyé číslo (g/100 g)	18	40	26	29	41	49	35	34
Rozpustnost v H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (% rozpuštěného TiO <sub>2</sub> )	15	19	16	23	19	19	18	19
Povrch BET (m <sup>2</sup> /g)	9	49	29	34	45	45	40	53



## P A T E N T O V É   N Á R O K Y

1. Směs pigmentů na bázi oxidu titaničitého, jež obsahuje vedle pigmentu s vysokou stálostí proti zšednutí (typ pigmentu A) pigment se zvýšeným obsahem Si a Al, srážející se ve formě vloček (typ pigmentu B), přičemž u tohoto pigmentu činí podíl Si (počítán jako  $\text{SiO}_2$ ) minimálně 3 % hmotn. (vztaženo na základní látku) a součet podílů Si a Al (počítány jako  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) minimálně 7 % hmotn. (vztaženo na základní látku).

2. Směs pigmentů na bázi oxidu titaničitého podle nároku 1, kde u pigmentu se zvýšeným obsahem Si a Al, srážejícího se ve formě vloček (typ pigmentu B), se stálost proti zšednutí zvýšila pomocí známých, výrobou podmíněných dodatečných opatření.

3. Směs pigmentů na bázi oxidu titaničitého podle nároku 1 nebo 2, kde pigment se zvýšeným obsahem Si a Al, srážející se ve formě vloček (typ pigmentu B), vykazuje základní látku vyrobenou podle sulfátového postupu, jež je stabilizována 1 % hmotn. (počítáno jako  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) hliníku.

4. Směs pigmentů na bázi oxidu titaničitého podle nároku 1 nebo 2, kde pigment se zvýšeným obsahem Si a Al, vysrážený ve formě vloček (typ pigmentu B) vykazuje základní látku

vyrobenou podle chloridového postupu a stabilizovanou 3 % hmotn. (počítáno jako  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

5. Směs pigmentů na bázi oxidu titaničitého podle jednoho nebo několika nároků 1 až 4, kde vločkovitě vysrážený pigment se zvýšeným obsahem Si a Al (typ pigmentu B) je přímo na základní látku nanesen nejprve s fosforečnanem hlinitým.

6. Směs pigmentů na bázi oxidu titaničitého podle jednoho nebo několika nároků 1 až 4, kde na vločkovitě se srážející pigment se zvýšeným obsahem Si a Al (typ pigmentu B) je dodatečně ještě nanesen cer o obsahu až 0,2 % hmotn. (počítáno jako  $\text{CeO}_2$ ), popřípadě zinek o obsahu až 2,5 % hmotn. (počítáno jako ZnO).

7. Směs pigmentů na bázi oxidu titaničitého podle jednoho nebo několika nároků 1 až 6, kde vločkovitě se srážející pigment se zvýšeným obsahem Si a Al (typ pigmentu B) vykazuje obsah dusičnanu až 1 % hmotn. (vztaženo na základní látku) a/nebo temperování až 500 °C.

8. Směs pigmentů na bázi oxidu titaničitého podle jednoho nebo několika nároků 1 až 7, kde podíl typu pigmentu B ve směsi pigmentů činí 10 až 90 % hmotn., přednostně 30 až 50 % hmotn.