



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL



Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

## CARTA PATENTE N.º PI 0412745-5

*Patente de Invenção*

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0412745-5

(22) Data do Depósito : 26/06/2004

(43) Data da Publicação do Pedido : 24/02/2005

(51) Classificação Internacional : C09C 1/36; D21H 17/69

(30) Prioridade Unionista : 18/07/2003 DE 103 32 650.2

(54) Título : Processo para a preparação de um pigmento de dióxido de titânio pós-tratado

(73) Titular : KRONOS INTERNATIONAL, INC., Sociedade Alemã. Endereço: Postfach 10 07 20, D-51307 Leverkusen, Alemanha (DE).

(72) Inventor : SIEGFRIED BLUEMEL. Endereço: An Der Deckersweide 24, D-40883 Ratingen, Alemanha. Cidadania: Alemã.; LYDIA DREWS-NICOLAI. Endereço: Hofrichterstr. 3, 51067 Köln, Alemanha. Cidadania: Alemã.; VOLKER JUERGENS. Endereço: Heinsberger Str. 44, 57399 Kirchhundem, Alemanha. Cidadania: Alemã.; VOLKER SCHMITT. Endereço: Kradenpuhl 42, 42799 Leichlingen, Alemanha. Cidadania: Alemã.

Prazo de Validade : 10 (dez) anos contados a partir de 23/09/2014, observadas as condições legais.

Expedida em : 23 de Setembro de 2014.

Assinado digitalmente por  
Liane Elizabeth Caldeira Lage  
Diretora de Patentes Substituta

15 de Novembro  
REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL  
de 1889

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM PIGMENTO DE DIÓXIDO DE TITÂNIO PÓS-TRATADO**".

5 A presente invenção refere-se a um processo para o tratamento superficial de um pigmento de dióxido de titânio, um pigmento de dióxido de titânio com elevada opacidade e elevada retenção e sua aplicação na preparação de papel decorativo.

Papel decorativo é um componente de um material de revestimento duroplástico, decorativo, que é preferentemente aplicado para o beneficiamento de superfícies de móveis e para assoalhos laminados. Como laminados designam-se plásticos laminados, nos quais, por exemplo, vários papéis ou papéis e cartões-fibra ou placas de aparas de madeira sobrepostos, impregnados, são prensados uns com os outros. Através do uso de resinas sintéticas especiais obtém-se uma resistência ao risco, golpe, produtos químicos e calor extraordinariamente alta dos laminados.

15 O emprego de papéis especiais (papéis decorativos) possibilita a preparação de superfícies decorativas, onde o papel decorativo serve não apenas como papel de cobertura para, por exemplo, superfícies de produto derivado de madeira não atrativas, mas sim, também como suporte para resina sintética. Nas exigências, que são apresentadas a um papel decorativo, incluem-se entre outros opacidade (poder de cobertura), resistência à luz (estabilidade ao acinzentamento), resistência às cores, resistência à umidade, impregnabilidade e imprimibilidade.

25 Para obter a opacidade necessária do papel decorativo, presta-se acentuadamente em princípio, um pigmento à base de dióxido de titânio. Na preparação do papel mistura-se via de regra, um pigmento de dióxido de titânio ou uma suspensão de pigmento de dióxido de titânio com uma suspensão de pasta química. Além das substâncias aplicadas pigmento e pasta química, aplicam-se geralmente também substâncias auxiliares tais como, por exemplo, agente repelente à água e eventualmente outras substâncias aditivas tais como, por exemplo, determinadas substâncias de enchimento. Os efeitos recíprocos de cada um dos componentes (pasta química,

pigmento, substâncias auxiliares e aditivas, água) entre si contribuem para a formação do papel e determinam a retenção do pigmento. Por retenção entende-se o poder de retenção de todas as substâncias inorgânicas no papel durante a preparação. Uma baixa retenção do pigmento prejudica a opacidade do papel decorativo, atua com isso, a cargo da economia do processo e leva a problemas ambientais e de reciclagem na produção de papel.

Para a aplicação no papel decorativo existe uma série de pigmentos de dióxido de titânio. Nas propriedades mais importantes incluem-se além de uma boa clareza e resistência à luz, a retenção e a opacidade. Por resistência à luz entende-se principalmente a estabilidade dos laminados contra acinzentamento sob ação da luz. Sabe-se, que um aperfeiçoamento da retenção e/ou da opacidade igualmente como um aperfeiçoamento da resistência à luz pode ser obtido através de pós-tratamentos especiais.

São conhecidos inúmeros processos patenteados especialmente para o aperfeiçoamento da resistência à luz. Depois disso, os pigmentos são tratados superficialmente com diversas substâncias, por exemplo, com  $Al_2O_3$  hidratado e um fosfato de metal incolor (US 3.928.860), com fosfato de zinco/alumínio (US 5.114.466), com fosfato de alumínio (US 5.785.748) ou com fosfato de cério e com fosfato de alumínio (US 4.239.548). Nestas patentes trata-se da resistência à luz de sistemas de resina de melamina pigmentada com  $TiO_2$ , sendo que especialmente as propriedades de retenção dos pigmentos não têm um papel importante. Além disso, esses processos destacam-se pelo fato, de que o tratamento superficial com fosfato parte de uma suspensão do corpo de base de  $TiO_2$ , cujo valor de pH está na faixa de acidez. Durante ou após a adição de cada um dos componentes de pós-tratamento, o valor de pH é aumentado pertindo da faixa de acidez para a faixa de cerca de 5 - 8.

Na EP 0.713.904 B1 é descrito um processo para aumentar a retenção através de um pós-tratamento, no qual é aplicada uma primeira

camada de fosfato de óxido de alumínio com um valor de pH ácido de 4 até 6 e uma segunda camada de óxido de alumínio é precipitada em uma faixa de pH de 3 até 10, preferentemente em pH de cerca de 7. Um outro aperfeiçoamento na retenção é obtido por uma terceira camada de óxido de magnésio, de maneira que o pigmento preparado se destaca por camadas sucessivas de fosfato de óxido de alumínio, óxido de alumínio e óxido de magnésio.

Uma outra possibilidade para aumentar a retenção é publicada na US 5.705.033. Através da adição de um polímero catiônico, por exemplo, "Nalco 8105", um copolímero de acrilamida e cloreto de dialildimetilamônio, obtém-se uma melhor fixação do pigmento sobre as fibras da pasta química e uma elevada retenção.

O objeto da invenção é indicar um processo, com o qual podem ser preparados pigmentos com retenção aperfeiçoada comparada com o estado da técnica com opacidade pelo menos invariavelmente alta e boa resistência à luz para a aplicação em papéis decorativos.

O objeto é resolvido através do pós-tratamento do pigmento de dióxido de titânio de modo tal, que no pós-tratamento em um primeiro estágio, um componente de alumínio e um componente de fósforo são colocados na suspensão de dióxido de titânio, sendo que o valor de pH é mantido em pelo menos 10 e em um segundo estágio mediante adição de um componente ácido, o valor de pH é reduzido para 9 ou abaixo. Outras variantes vantajosas do processo são descritas nas sub-reivindicações.

O objeto da invenção é portanto, um processo de pós-tratamento para pigmentos de dióxido de titânio, que leva aos pigmentos com retenção aperfeiçoada com opacidade invariavelmente elevada, além disso, a um pigmento com essas propriedades e ao uso desse pigmento na preparação de papel decorativo.

No processo de acordo com a invenção, separa-se sobre a superfície da partícula de  $\text{TiO}_2$  uma camada de compostos de alumínio-fósforo eventualmente na mistura com hidrato de óxido de alumínio. A composição

depende das quantidades do componente de alumínio e do componente de fósforo empregadas. A seguir, essa camada é designada de maneira simplificada como camada de fosfato de óxido de alumínio.

A invenção baseia-se no fato, de que a camada de fosfato de óxido de alumínio é precipitada para fora do meio alcalino. Para o processo é decisivo, que o componente de alumínio e o componente de fósforo sejam inicialmente colocados na suspensão de  $TiO_2$ , que apresenta um pH de pelo menos 10 e que o valor de pH durante a adição não se reduza abaixo de 10. Foi demonstrado, que ao manter essas condições, obtém-se uma retenção aperfeiçoada dos pigmentos comparada com os processos conhecidos, nos quais o fosfato de óxido de alumínio é precipitado para fora do meio ácido ou também em comparação com procedimentos, nos quais durante a adição do componente de alumínio e do componente de fósforo o valor de pH da suspensão se reduz para menos de 9.

O processo de tratamento superficial que serve de base à invenção, parte de uma suspensão de corpo básico de  $TiO_2$  aquosa e preferentemente moída por via úmida. A moagem por via úmida é eventualmente efetuada na presença de um agente de dispersão. Por corpo básico de  $TiO_2$  entende-se o pigmento bruto de  $TiO_2$  ainda não pós-tratado. De preferência, aplica-se o corpo básico de  $TiO_2$  preparado pelo processo de cloreto. O processo é efetuado a uma temperatura inferior a  $80^\circ C$ , preferentemente a  $55$  até  $65^\circ C$ . A suspensão é inicialmente ajustada com compostos alcalinos adequados, por exemplo, NaOH, para um valor de pH de pelo menos 10. Isto ocorre, caso se realize uma moagem por via úmida, da maneira mais ideal, antes da moagem.

No estágio a) do processo de acordo com a invenção, coloca-se posteriormente um componente de alumínio e um componente de fósforo na suspensão em cada caso na forma de uma solução aquosa. Para a invenção é decisivo, que durante a adição dos componentes o valor do pH da suspensão seja mantido em pelo menos 10, preferentemente em pelo menos 10,5 e de modo especialmente preferido, em pelo menos 11. Compostos de alumí-

nio adequados são sais hidrossolúveis que reagem de forma alcalina ou ácida, por exemplo, aluminato de sódio, sulfato de alumínio, nitrato de alumínio, cloreto de alumínio, acetato de alumínio e outros. Essa escolha no entanto, não é entendida como sendo uma limitação. O aluminato de sódio é particularmente adequado. No caso de se tratar de um composto de ação ácida, que na adição levaria o valor do pH abaixo de 10, este efeito no sentido da invenção é compensado pela adição de um composto alcalino adequado tal como NaOH. Os compostos alcalinos adequados e as quantidades necessárias para manter o valor do pH em pelo menos 10, são comuns para o especialista. O composto de alumínio deve ser acrescentado em uma quantidade de 2,0 até 9,0% em peso, preferentemente de 4,0 até 6,0% em peso, calculada como  $Al_2O_3$  e com relação ao corpo básico de  $TiO_2$ . Compostos de fósforo adequados são compostos inorgânicos tais como fosfatos de metal alcalino, fosfato de amônio, polifosfatos, ácido fosfórico e outros. Essa escolha não é entendida como sendo uma limitação. O fosfato ácido dissódico ou ácido fosfórico são particularmente adequados. No caso de compostos de fósforo, em cuja adição o valor do pH seria empurrado abaixo de 10, este efeito é igualmente compensado pela adição de um composto alcalino adequado tal como NaOH. Os compostos alcalinos adequados e as quantidades necessárias, para manter o valor do pH em pelo menos 10, são comuns para o especialista. O componente de fósforo é acrescentado em uma concentração de 1,0 até 5,0% em peso, preferentemente 1,5 até 3,5% em peso e especialmente de 2,0 até 3,0% em peso calculado como  $P_2O_5$  com relação ao corpo básico de  $TiO_2$ . O componente de alumínio e o componente de fósforo podem ser acrescentados à suspensão na ordem desejada individualmente sucessiva ou simultaneamente.

Em seguida, efetua-se no estágio b) a adição de um composto ácido, para reduzir o valor do pH abaixo de 9, preferentemente para a faixa de 3,5 até 8 e de modo particularmente preferido, para 4,5 – 6,0. O composto ácido empregado pode ser um ácido tal como ácido sulfúrico, ácido clorídrico, ácido fosfórico ou um outro ácido adequado. Além disso, no caso do

composto ácido pode tratar-se também de um sal de reação ácida correspondente tal como, por exemplo, sulfato de alumínio.

Foi comprovado como sendo vantajoso, introduzir depois em um estágio c) seguinte, uma camada como hidrato de óxido de alumínio com  
5 auxílio de um tratamento um pH constante, de modo tal, que através da adição paralela de um composto de alumínio ácido e de um alcalino (por exemplo, aluminato de sódio/sulfato de sódio) ou através da adição de um composto de alumínio alcalino tal como aluminato de sódio e de um ácido, por exemplo, ácido sulfúrico ou através da adição de um composto de alumínio  
10 tal como, por exemplo, sulfato de alumínio junto com uma lixívia tal como, por exemplo, NaOH, o valor do pH seja mantido constante tanto quanto possível. Verificaram-se como sendo favoráveis para o tratamento um pH constante neste caso, valores de pH entre 4 e 9. Para o ajuste desse valor do pH prestam-se, por exemplo, lixívias ou ácidos (por exemplo, NaOH/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)  
15 ou soluções salinas de reação alcalina ou ácida (por exemplo, aluminato de sódio/sulfato de sódio). Foi verificado como sendo particularmente vantajoso, efetuar o tratamento um pH constante a um valor do pH, reduzido no estágio b).

Segundo a necessidade, ocorre finalmente em um estágio d) um  
20 ajuste do pH para cerca de 6 até 7, por exemplo, com lixívias/ácidos (por exemplo, NaOH/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) ou com soluções salinas alcalinas/ácidas tal como aluminato de sódio/sulfato de alumínio. A quantidade dos compostos de alumínio empregados no estágio b), c) e d) calculada como Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> são atribuídos à quantidade de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> já empregada no estágio a). A soma dos compostos de alumínio empregados no estágio a) até estágio d) calculada como  
25 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> com relação ao corpo básico de TiO<sub>2</sub> importa de modo ideal em 2,0 – 9,0% em peso e preferentemente em 4,0 – 6,0% em peso. Igualmente a quantidade do componente de fósforo eventualmente empregado no estágio b) e no estágio c) calculada como P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> é atribuída à quantidade de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>  
30 empregada no estágio a). A soma dos compostos de fósforo empregados no estágio a) até estágio c) calculada como P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> importa portanto, de maneira

ideal, em 1,0 até 5,0% em peso, preferentemente em 1,5 até 3,5% em peso e especialmente em 2,0 até 3,0% em peso calculada como  $P_2O_5$  com relação ao corpo básico de  $TiO_2$ .

5                    Junto com o componente de Al e o componente de P no estágio a), também podem ser colocadas na suspensão outras soluções salinas de metal de, por exemplo, Ce, Ti, Si, Zr ou Zn, que em seguida, são precipitadas no estágio b) juntas como fosfato ou hidrato de óxido na superfície da partícula.

10                   Além disso, é possível aplicar ou antes ou após o estágio c) uma outra camada inorgânica, tal como são conhecidas do estado da técnica (por exemplo, compostos contendo Zr, Ce, Si, Ti ou Zn).

15                   O pigmento de  $TiO_2$  pós-tratado é separado da suspensão por métodos de filtração conhecidos pelo especialista e o bolo do filtro formado é lavado, para remover os sais solúveis. À pasta do filtro lavada pode ser acrescentada para o aperfeiçoamento da resistência à luz do pigmento no laminado antes ou durante a secagem seguinte, um composto contendo nitrato, por exemplo,  $KNO_3$ ,  $NaNO_3$ ,  $Al(NO_2)_3$  em uma quantidade de 0,05-0,5% calculado como  $NO_3$ . Na moagem seguinte, por exemplo, com um mo-  
20 inho de vapor, pode ser acrescentado ao pigmento um composto orgânico da série daqueles, tais como são usualmente empregados na preparação de pigmentos de  $TiO_2$  e que são conhecidos pelo especialista, tal como, por exemplo, poliálcool (trimetilpropano). Alternativamente à adição dos compostos contendo nitrato antes ou durante a secagem, a adição dessas substâncias pode ser efetuada também durante a moagem.

25                   O pigmento preparado por este processo mostra em comparação com os pigmentos comparativos, melhor retenção e melhor opacidade e é o mais adequado para o emprego no papel decorativo.

30                   O processo de pós-tratamento de acordo com a invenção, é usualmente efetuado no processo de batelada. Mas também é possível, com auxílio de um misturador em linha, que garante ótima homogeneização, trabalhar em um processo quase contínuo. Em cada caso tem que ser asseg-

rado, que o componente de Al e de P seja acrescentado antes da precipitação em uma faixa de pH de pelo menos 10.

A seguir, a invenção é descrita exemplarmente:

Exemplo 1:

5 Uma suspensão de  $\text{TiO}_2$ , moída como areia do processo de cloreto com uma concentração de  $\text{TiO}_2$  de 450 g/l é ajustada a 60°C com NaOH para um valor do pH de 10. Sob agitação, acrescentam-se à suspensão 2,0% em peso, de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  como aluminato de sódio. Com isso, ajusta-se um valor do pH de cerca de 13. Após um tempo de agitação de 30 minutos, a-

10 crescentam-se 2,5% em peso, de  $\text{P}_2\text{O}_5$  como solução de fosfato ácido dissódico. O valor do pH da suspensão permanece em cerca de 13. Segue-se um outro tempo de reação de 30 minutos. A suspensão é ajustada no próximo estágio mediante adição de sulfato de alumínio (correspondente a 2,4% em peso, de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) para um valor do pH de 5. Em seguida, são misturados

15 0,9% em peso, de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na forma de uma adição paralela de solução de sulfato de alumínio e de aluminato de sódio, de modo que o valor do pH é mantido em 5. Após um tempo de agitação de 60 minutos, suspensão é ajustada com auxílio de uma solução de aluminato de sódio alcalina para um valor do pH de 6,8. A suspensão de  $\text{TiO}_2$  pós-tratada é filtrada após um outro tempo

20 de reação de duas horas e mediante lavagem, é liberada dos sais hidrossolúveis. A pasta do filtro lavada é seca após adição de cerca de 0,18% de  $\text{NO}_3$  como  $\text{NaNO}_3$ , em uma secadora de atomização e em seguida, moída com vapor. O pigmento preparado de acordo com a invenção, contém os seguintes elementos de pós-tratamento expressos na forma de seus óxidos:

25 2,5% em peso, de  $\text{P}_2\text{O}_5$  e 5,5% em peso, de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  em cada caso com relação ao corpo básico de  $\text{TiO}_2$  e 0,18% em peso, de  $\text{NO}_3$ .

Exemplo Comparativo 1:

Uma suspensão de  $\text{TiO}_2$ , moída como areia do processo de cloreto, com uma concentração de  $\text{TiO}_2$  de 450 g/l, é ajustada a 60°C com Na-

30 OH para um valor de pH de 10. Sob agitação, acrescentam-se à suspensão 2,4% em peso, de  $\text{P}_2\text{O}_5$  como solução de fosfato ácido dissódico. O tempo de adição importa em 60 minutos, o valor do pH da suspensão permanece

em cerca de 10. Após um tempo de agitação de 30 minutos, misturam-se à suspensão em seguida, dentro de 30 minutos 3,0% em peso, de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  como solução de sulfato de alumínio ácido. O valor do pH da suspensão cai para 2,5. A suspensão ácida é ajustada após um tempo de agitação de 30 minutos com auxílio de uma solução de aluminato de sódio alcalina na quantidade de 3,4% em peso, calculada como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , para um valor do pH de 7. A suspensão de  $\text{TiO}_2$  pós-tratada é filtrada depois de tempo de agitação ulterior de duas horas e meia e liberada dos sais hidrossolúveis através de lavagem. Após a adição de cerca de 0,23% em peso, de  $\text{NO}_3$  como  $\text{NaNO}_3$  a pasta do filtro lavada é seca em um secador de atomização e em seguida, é moída com vapor. O pigmento comparativo assim preparado contém os seguintes elementos de pós-tratamento, expressos na forma de seus óxidos: 2,4% de  $\text{P}_2\text{O}_5$  e 6,4% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  em cada caso com relação ao corpo básico de  $\text{TiO}_2$  e 0,23% em peso, de  $\text{NO}_3$ .

15 Exemplo Comparativo 2:

Uma suspensão de  $\text{TiO}_2$ , moída como areia do processo de cloreto, com uma concentração de  $\text{TiO}_2$  de 450 g/l, é ajustada a 60°C com  $\text{NaOH}$  para um valor de pH de 10. Sob agitação, a suspensão é ajustada em seguida, com ácido fosfórico para pH = 5. Depois de um tempo de agitação de 30 minutos, acrescentam-se à suspensão dentro de 60 minutos 2,1% em peso, de  $\text{P}_2\text{O}_5$  com  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (a 80%) junto com 2,0% em peso, de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  como solução de aluminato de sódio, sendo que o valor do pH é mantido em pH de 5 através de uma adição paralela dos dois componentes ou após o consumo do ácido fosfórico com  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Após um tempo de agitação de 30 minutos suspensão é ajustada com auxílio de uma solução de aluminato de sódio alcalina para um valor de pH de 7. Em seguida, efetua-se a adição de 2,3%, de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na forma de uma adição paralela de aluminato de sódio e sulfato de alumínio em um valor de pH de cerca de 7. A suspensão de  $\text{TiO}_2$  pós-tratada é filtrada após um tempo de agitação ulterior de duas horas e meia e mediante lavagem liberada dos sais hidrossolúveis. Após a adição de cerca de 0,18% em peso, de  $\text{NO}_3$  como  $\text{NaNO}_3$ , a pasta de filtro lavada é seca em um secador de atomização e em seguida, é moída com vapor. O pigmento com-

parativo assim preparado contém os seguintes elementos de pós-tratamento, expressos na forma de seus óxidos: 2,5% de  $P_2O_5$  e 4,5% de  $Al_2O_3$  em cada caso com relação ao corpo básico de  $TiO_2$  e 0,18% em peso, de  $NO_3$ .

## 5 Métodos de teste e resultados do teste

### Métodos de teste

Os pigmentos de dióxido de titânio preparados desta maneira foram incorporados em papéis decorativos e em seguida, examinados em laminados prensados com respeito às suas propriedades óticas e resistência à luz. Para isso, o pigmento de dióxido de titânio a ser examinado é incorporado em celulose e preparadas folhas com um peso da folha de cerca de 80  $g/m^2$  e uma taxa de massa de  $TiO_2$  de cerca de 40%.

#### a) Preparação do laminado (escala de laboratório)

Para a avaliação das propriedades óticas dos papéis decorativos e com isso, a qualidade do pigmento de dióxido de titânio, é significativo que os papéis decorativos com o mesmo teor de cinza sejam comparados. Para isso, é necessário que a quantidade de pigmento de dióxido de titânio empregada para a formação da folha com relação à retenção, seja adaptada à taxa de massa de  $TiO_2$  desejada no papel, aqui  $40\% \pm 1$  ou à gramatura desejada, aqui  $80 g/m^2 \pm 1$ . Para a formação de uma folha tomaram-se por base nestes ensaios 1,56 g de celulose (seca em forno). O procedimento e as substâncias auxiliares empregadas são conhecidos pelo especialista.

O teor de dióxido de titânio (cinza em [%]) de uma folha bem com a retenção do pigmento foram determinados a seguir. Para a determinação do teor de dióxido de titânio, uma quantidade de peso definida do papel preparado foi incinerada com um incinerador de alta velocidade a  $900^\circ C$ . Através do peso final do resíduo calcula-se a taxa de massa de  $TiO_2$  (cinza em [%]). Para calcular o teor de cinza, tomou-se por base a seguinte fórmula:

$$30 \quad \text{Teor de cinza } [g/m^2] = (\text{cinza } [\%] \times \text{gramatura } [g/m^2]) / 100 [\%]$$

Por retenção entende-se o poder de retenção de todas as substâncias inorgânicas na folha de papel sobre a peneira da máquina de papel.

A chamada retenção de passe único, que é determinada aqui, fornece a taxa percentual, que é retida no processo de alimentação único da máquina de papel. A taxa percentual da cinza com relação à taxa da massa do pigmento empregado em toda a matéria sólida da suspensão, fornece a retenção:

$$\text{Retenção [\%]} = \frac{\text{Cinza [\%]} \times (\text{peso inicial do pigmento [g]} + \text{peso inicial da celulose [g]})}{\text{Peso inicial do pigmento [g]}}$$

A ulterior elaboração do papel abrangeu a impregnação e prensagem para formar laminados. A folha a ser resinada foi completamente imersa em uma solução de resina de melamina, depois estirada entre 2 rasquetas, para assegurar uma determinada aplicação de resina e em seguida, é pré-condensada em uma estufa de secagem de ar circulante a 130°C. Uma segunda impregnação foi efetuada correspondentemente. A aplicação da resina importou em 120 até 140% do peso da folha. A folha tinha uma umidade residual de 5 até 6% em peso. As folhas condensadas foram dobradas com papéis nucleares embebidos em resina fenólica e suporte de papel preto para formar pacotes prensados. Para a avaliação dos pigmentos de ensaio, a formação do laminado constituiu-se de 9 camadas: papel decorativo, papel decorativo, papel nuclear, papel nuclear, calço de papel de contração preto, papel nuclear, papel nuclear, suporte de papel preto, papel decorativo. A prensagem dos pacotes foi efetuada com auxílio de uma prensa de laminado Wickert tipo 2742 a uma temperatura de 140°C e uma pressão de 90 bar durante um tempo de prensagem de 300 segundos.

#### 25 b) Teste

A medição das propriedades óticas dos laminados foi efetuada com um fotômetro espectral comercial. Para a avaliação das propriedades óticas de substâncias prensadas em camada, os valores de cor (CIELAB L\*, -a\*, -b\*) foram determinadas de acordo com a DIN 6174 com auxílio do aparelho de medição de cor ELREPHO® 3000 sobre dois papéis decorativos e sobre o suporte de papel preto. A opacidade é uma medida para a permeabilidade ou transmissão da luz do papel. Como medida para a opacidade dos laminados selecionaram-se os seguintes tamanhos: CIELAB L\*<sub>preto</sub>, a alvura

dos laminados foi medida através de suporte de papel preto e o valor da opacidade  $L [\%] = Y_{\text{preto}}/Y_{\text{branco}} \times 100$ , determinado a partir do valor Y medido sobre suporte de papel preto ( $Y_{\text{preto}}$ ) e do valor Y sobre dois papéis decorativos ( $Y_{\text{branco}}$ ).

## 5 Resultados do teste

A tabela 1 mostra os resultados do teste para laminados, que foram preparados com o pigmento de acordo com a invenção (exemplo 1) e com dois pigmentos comparativos (exemplo comparativo 1 e 2). Foi demonstrado, que o pigmento de acordo com a invenção com mesmo registro de pigmento comparado com pigmentos comparativos, apresenta uma retenção nitidamente maior. A tabela 2 mostra igualmente resultados de teste dos laminados, que foram preparados com o pigmento de acordo com a invenção (exemplo 1) e com dois pigmentos comparativos (exemplo comparativo 1 e 2), no entanto, com registro de pigmento nitidamente reduzido do pigmento de acordo com a invenção (exemplo 1). Demonstra-se aqui, que mesmo com peso inicial do pigmento reduzido de 1,8 g no exemplo 1 em comparação com 2,2 ou 2,1 g (exemplo comparativo 1 e 2), são obtidos teores de cinza quase iguais e ainda, uma opacidade aperfeiçoada. As boas propriedades óticas restantes permanecem. A resistência à luz dos laminados com o pigmento de acordo com a invenção e com os pigmentos comparativos era comparavelmente boa.

Tabela 1:

Pigmento	Peso inicial do pigmento [g]	Cinza [%]	Teor de cinza [g/m <sup>2</sup> ]	Gramatura [g/m <sup>2</sup> ]	Retenção [%]
Exemplo 1	2,1	41,7	34,8	83,3	73
Exemplo Comparativo 1	2,2	40,6	32,9	81,1	69
Exemplo Comparativo 2	2,1	40,1	32,3	80,4	70

Tabela 2:

Pigmento	Peso inicial do pigmento [g]	Teor de cinza [g/m <sup>2</sup> ]	Ótica (Laminado)				Opacidade (Laminado)	
			CIELAB L* branco	CIELAB a* branco	CIELAB b* branco	CIELAB L* preto	Valor da opacidade L [%]	
Exemplo 1	1,8	32,3	93,4	- 1,3	2,2	90,1	91,2	
Exemplo Comparativo 1	2,2	32,9	93,3	- 1,3	2,1	89,9	91,0	
Exemplo Comparativo 2	2,1	32,3	93,2	- 1,3	2,2	89,8	90,9	

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de um pigmento de dióxido de titânio pós-tratado, caracterizado pelo fato de que

5 a) no primeiro estágio um componente de alumínio e um componente de fósforo são colocados na suspensão de  $\text{TiO}_2$ , sendo que o valor de pH da suspensão é mantido em pelo menos 10

b) no segundo estágio, através da adição de um componente ácido, o valor de pH da suspensão é reduzido para menos de 9.

10 2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que no estágio a) empregam-se como componente de alumínio, compostos hidrossolúveis de alumínio, preferentemente aluminato de sódio e como componente de fósforo, compostos de fosfato inorgânicos ou ácido fosfórico, preferentemente fosfato ácido dissódico.

15 3. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que no estágio b) empregam-se como componente ácido, um ácido ou um sal de reação ácida, preferentemente sulfato de alumínio.

4. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que no estágio a) é mantido preferentemente um valor de pH de pelo menos 10,5 e de modo particularmente preferido, de pelo menos 11.

20 5. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que no estágio b) o valor de pH é preferentemente reduzido na faixa de 3,5 a 8 e de modo particularmente preferido, em 4,5 – 6,0.

25 6. Processo de acordo com uma ou várias das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que segundo o estágio b), em um estágio c) é aplicada uma outra camada de hidrato de óxido de alumínio, ajustando-se o valor de pH da suspensão na faixa de 4 a 9 e este valor de pH é mantido constante através da adição paralela de um composto de alumínio alcalino e de um composto ácido, de preferência aluminato de sódio/sulfato de alumínio ou aluminato de sódio/ácido sulfúrico.

30 7. Processo de acordo com uma ou várias das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que no final do pós-tratamento em um estágio d), o valor de pH final da suspensão é ajustado para cerca de 6 a 7 com

auxílio de lixívia/ácido tal como NaOH/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ou com uma solução salina alcalina/ácida tal como aluminato de sódio/sulfato de alumínio.

8. Processo de acordo com uma ou várias das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que a soma dos compostos de alumínio acrescentados no estágio a) até estágio d) calculada como Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> importa em 2,0 a 9,0% em peso, preferentemente em 4,0 a 6,0% em peso.

9. Processo de acordo com uma ou várias das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a soma dos compostos de fósforo acrescentados no estágio a) e estágio b) calculada como P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> importa em 1,0 a 5,0% em peso, preferentemente em 1,5 a 3,5% em peso, especialmente em 2,0 a 3,0% em peso.

10. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que no estágio a) junto com o componente de alumínio e o componente de P são acrescentadas outras soluções de sal de metal de, por exemplo, Ce, Ti, Si, Zr ou Zn na suspensão.

11. Processo de acordo com uma ou várias das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que ou antes ou após o estágio c) é aplicada uma outra camada inorgânica.

12. Processo de acordo com uma ou várias das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que o pigmento para o aperfeiçoamento da resistência à luz no laminado é tratado com nitrato, de modo que o pigmento pronto contém a 1,0% em peso, de NO<sub>3</sub>.

13. Processo de acordo com uma ou várias das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que durante a moagem final é aplicada uma substância orgânica.

## RESUMO

Patente de Invenção: **"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM PIGMENTO DE DIÓXIDO DE TITÂNIO PÓS-TRATADO"**.

5 A presente invenção refere-se a um processo para o tratamento superficial de um dióxido de titânio, que leva a pigmentos com retenção aperfeiçoada e opacidade aperfeiçoada, sendo que com pouco emprego de pigmento pode obter-se uma alta opacidade constante. O processo é caracterizado pelo fato, de que inicialmente um componente de alumínio e um  
10 componente de fósforo é colocado em uma suspensão de  $TiO_2$ , enquanto que seu valor de pH não se reduz para menos de 10. Em seguida, efetua-se a redução do valor de pH da suspensão para menos de 9 mediante adição de um componente ácido. O pigmento preparado segundo o processo de acordo com a invenção é destacadamente adequado para a aplicação em papel decorativo.