مدينة الملك عبدالعزيز
للعلوم والتقنية KACST

[19] المملكة العربية السعودية SA
مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية

[11] رقم البراءة: ٢٣٩٠
[45] تاريخ المنح: ١٤٣١/٠٣/٢٢ هـ
الموافـــق: ٢٠١٠/٠٣/٠٨ م

[12] براءة اختراع

[72] اسـم المخـترع: سـيجفريد بلوميـل، كيـث الآن ميـنير، سيلفي جوميز، مارك جيوفري هوميرسون

[73] مالك البراءة : كرونوس انترناشونال، انك.
عنوانه: بيسشستر. ٥، ليفركوزين دي- ٥١٣٧٣، المانيا
جنسيته: المانية

[74] الوكيل: سليمان ابراهيم العمار

[21] رقم الطلب: ٠٧٢٨٠٠١١

[22] تاريخ الإيداع : ١٤٢٨/٠١/٠٩ هـ
الموافق : ٢٠٠٧/٠١/٢٨ م

[30] بيانات الأسبقية:

DE	١٠٢٠٠٤٣٤٤٠٨	٢٠٠٦/٠١/٣٠ م

[51] التصنيف الدولي (IPC^8) : C09C 1/36

[56] المراجع:

DE	١٥٩٢٨٣٠	١٩٧١/٠٢/١٨ م
EP	٠٧١٣٩٠٤	١٩٩٦/٠٥/٢٩ م
WO	٢٠٠٥٠١٧٠٤٩	٢٠٠٥/٠٢/٢٤ م

اسم الفاحص: هشام بن سعد العريفي

[54] اسم الاختراع: صبغ من ثاني اكسيد التيتانيوم ذو درجة عتامة عالية، وطريقة لتصنيعه

Titanium dioxide of high opacity and method for its manufacture

[57] الملخص: يتعلق الاختراع الحالي بصبغ ثاني اكسيد التيتانيوم titanium dioxide من نوع rutile للاستخدام في ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers مما يؤدي إلى زيادة درجة العتامه للورق مقارنة بالفن السابق، كما يتعلق بطريقة لتصنيعه. ويُظهر الصبغ طبقة تغليف سطحية تحتوي على aluminium phosphate ، وaluminium oxide ، وsilicon oxide ، وtitanium oxide . ويتم ترسيب silicon oxide في صورة زغب. وتُظهر الجسيمات المغلّفة قيمة BET تبلغ ١٥ م^2/ جم على الأقل.

وتتميز طريقة التصنيع بأنه تتم أولاً إضافة مكون aluminium ومكون phosphorus إلى معلق TiO_2. وبعد ذلك، تتم إضافة مكون alkaline silicon ، ومكون تيتانيوم يتفاعل مع حمض و، اختيارياً، مكون إضافي منظم للرقم الهيدروجيني pH ، حيث يتم ضبط قيمة الرقم الهيدروجيني pH في مدى يتراوح من ٤ إلى ٩ في هذا السياق.

عدد عناصر الحماية (١٠)

صبغ من ثاني اكسيد التيتانيوم ذو درجة عتامه عالية، وطريقة لتصنيعه

titanium dioxide of High Opacity and Method for its Manufacture

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

يتعلق الاختراع بصبغ من ثاني اكسيد التيتانيوم titanium dioxide ذي درجة عتامه عالية، وطريقة لتصنيعه، واستخدامه في ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers والرقاقات المعدنية decorative foils المستخدمة في الزخرفة.

يعتبر ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers والرقاقات المعدنية decorative foils المستخدمة في الزخرفة جزءاً من أية مادة تغليف حرارية التصلُّب تستخدم في الزخرفة، حيث تستخدم بشكل مفضل في صقل وتشطيب أسطح الأثاث preference for finishing furniture surfaces ، وفي تشكيل الأرضيات الرقيقة، وفي تشطيب الأسطح الداخلية laminate flooring and in interior finishing ويستخدم تعبير رقاقات للإشارة إلى المواد التي فيها، على سبيل المثال، يتم ضغط عدة طبقات ورقية مكدسة ومُشربة، أو طبقات من ورق ولوح صلد أو لوح ليفي fibreboard ، سوياً مع بعضها البعض. ويحقق استخدام راتنجات تخليقية synthetic resins معينة مقاومة عالية للغاية للرقائق تجاه التلف والتشوُّه والصدمات، والمواد الكيميائية والحرارة.

ويمكن استخدام ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers (والذي تتجه النية أن يشتمل أيضاً لاحقاً على الرقاقات المعدنية decorative foils) من إنتاج أسطح زخرفيَّة، حيث يستخدم ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers ليس كورق واجهة فقط، مثلاً من أجل إخفاء أسطح المواد الخشبية غير الجذابة، ولكن أيضاً كمادة حاملة للراتنج التخليقي.

ويتطلب في ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers ، من بين أشياء أخرى، أن يكون ذا درجة عتامه (لا شفافية) عالية (قدرة على الإخفاء)، وثبات عند التعرض للضوء (مقاومة التغير عند التعرض للضوء) وثبات لوني، ومقاومة الرطوبة، وصالح للتشرب والدهان.

وتتحدد الكفاءة الاقتصادية لعملية تصنيع ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers ، من بين أشياء أخرى، بعتامة الصبغ في الورق. ومن حيث المبدأ، فإن أي صبغ أساسه pigment based on titanium dioxide يكون صالحاً بشكل بارز للوصول إلى عدم العتامه الضرورية لورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers .

وأثناء تصنيع الورق، يتم عادة خلط صبغ titanium dioxide أو معلق صبغ titanium dioxide مع معلق عجينة الورق pulp suspension. وبالإضافة إلى الصبغ وعجينة الورق pulp المستخدمين كخام تغذية، فإنه يتم أيضاً استخدام مواد مساعدة، مثل العوامل المقاومة للرطوبة wet-strength agents ، أو أية مواد إضافية أخرى حسب الحاجة. ويساهم التفاعل الذي يتم بين المكونات المستقلة (عجينة الورق pulp ، والصبغ pigment والمواد المساعدة auxiliaries ، والمواد الإضافية، والماء) مع بعضهما البعض في تكوين الورق وتحديد احتجاز الصبغ. والاحتجاز هو طاقة احتجاز جميع المواد غير العضوية في الورق أثناء الإنتاج. وتلعب شحنة الصبغ الموجودة على السطح بالنسبة لألياف عجينة الورق pulp دوراً هاماً في هذا السياق.

ومن المعروف أنه يمكن الوصول إلى تحسين درجة العتامه عن طريق القيام بمعالجة خاصة لسطح صبغ titanium dioxide .

وتصف براءة الاختراع الأوروبي ٠٧١٣٩٠٤١- ب١ معالجة سطح موضوع علية طبقة أولي

عبارة عن aluminium oxide phosphate عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH الحمضي تتراوح من ٤ إلى ٦، ويتم ترسيب طبقة ثانية عبارة عن aluminium oxide عند رقم هيدروجيني pH يتراوح من ٣ إلى ١٠، ويفضل رقم هيدروجيني pH قدره ٧ تقريباً. ويمكن الوصول إلى تحسين الاحتجاز بواسطة طبقة ثالثة تتكون من magnesium oxide ، مما يجعل الصبغ المنتج يتميز بطبقات متتالية عبارة عن aluminium oxide phosphate ، وaluminium oxide ، وmagnesium oxide .

وتكشف براءة الاختراع الألمانية ١٠٢٣٦٣٦٦ عن طريقة لمعالجة سطح صبغ titanium dioxide ، حيث وضع مكوِّن يحتوي على phosphorus ، و titanium، وaluminium ؛ أولاً عن طريق الترسيب، ثم يلي ذلك مكوِّن magnesium عند قيمة رقم هيدروجيني pH تتراوح من ٨ إلى ١٠. ولقد قيل أن هذه الأصباغ تُظهر ثباتاً محسناً عند تعرضها للضوء ودرجة عتامه عالية.

وتصف براءة الاختراع الألمانية ١٠٣٣٢٦٥٠-١أ طريقة لمعالجة سطح صبغ titanium dioxide ، حيث تتم فيها إضافة مكوِّن aluminium ومكوِّن phosphorus إلى معلق سطح TiO_2 عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ١٠ على الأقل ويتم بعد ذلك ترسيب هذا الخليط عند قيمة رقم هيدروجيني pH أقل من ٩. ولقد قيل أن الطريقة تؤدي إلى الوصول إلى احتجاز مُحسَّن ودرجة عتامه لم تتغير.

وتكشف براءة الاختراع الأمريكية ٦٢٠٠٣٧٥ عن صبغ titanium dioxide مقاوم للطقس يستخدم لدهان الباب الخارجي، حيث يعكس سطح الجسيمات طبقات متتالية من zirconium hydroxide ، وtitanium hydroxide ، وphosphate / silicon oxide وaluminium oxide مائي.

الوصف العام للاختراع

يهدف الاختراع إلى تقديم صبغ من titanium dioxide للاستخدام في ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers الذي يتميز بدرجة عتامه عالية مقارنة بالفن السابق. كما يهدف الاختراع علاوة على هذا إلى تقديم طريقة لتصنيع صبغ titanium dioxide من هذا النوع.

ولقد تم الوصول إلى هذا الهدف عن طريق صبغ titanium dioxide يشتمل على جسيمات titanium dioxide من نوع rutile (titanium oxide ذو بلورات حمراء) المغلَّف، حيث تشتمل طبقة التغليف على aluminium phosphate و aluminium oxide ، و titanium oxide ، و silicon oxide ولا تحتوي على أي محتوى مخلوط من مركب zirconium ، وحيث يتم ترسيب silicon oxide في صورة زغب fluffy.

كما تم الوصول إلى الهدف أيضاً بواسطة طريقة لتصنيع صبغ titanium dioxide مغلَّف، حيث تتضمن الخطوات الآتية:

(أ) توفير معلق مائي عبارة عن جسيمات titanium dioxide غير مغلَّفة،

(ب) إضافة مكون aluminium ومكون phosphorus ،

(ج) إضافة مكون alkaline silicon ومكون واحد على الأقل منظم للرقم الهيدروجيني pH ، حيث يكون أحد المكونات المنظمة للرقم الهيدروجيني pH عبارة عن مكون titanium يتفاعل مع حمض وحيث يتم ضبط الرقم الهيدروجيني pH عند قيمة تتراوح من ٤ إلى ٩.

وسيتم وصف الصور البديلة المميزة للاختراع في عناصر الحماية الفرعية.

ولاحقاً في هذا الطلب، تتجه النية إلى استخدام تعبير "أكسيد" أيضاً للإشارة إلى الأكاسيد المائية أو الهيدرات، المناظرة. ويجب أن يفهم أن جميع البيانات التي تم الكشف عنها فيما بعد المتعلقة بقيمة الرقم الهيدروجيني pH ، ودرجة الحرارة، والتركيز مقاساً كنسبة مئوية بالوزن أو كنسبة مئوية بالحجم، إلخ، تشمل جميع القيم التي تقع في مدى دقة القياس المناظر والمعروف للشخص المتمرس في المجال. وعند استخدامه في سياق النص الخاص ببراءة الاختراع الحالية، فإن تعبير "كمية ملحوظة" أو "محتوى ملحوظ" يشمل أقل كمية من مكون، يمكن بواسطتها الوصول إلى خواص الخليط المطلوبة والتي تقع في إطار دقة القياس المعلوم.

الوصف التفصيلي

يفضل أن يكون صبغ titanium dioxide طبقاً للاختراع هو titanium dioxide من نوع rutile . وهو يتميز بتواجد طبقة تحتوي على مركبات aluminium / وphosphorus / titanium /silicon على سطح الجسيم. ومركب silicon هو silicon oxide و/ أو من الممكن أن يكون هو silicon titanate . وتساعد التوليفة المكونة من مكون silicon و titanium في الخطوة جـ) من الطريقة على الترسيب في صورة زغب، وهذا يؤدي إلى زيادة مساحة السح النوعية خاصة BET إلى قيم تبلغ ١٥ م^{٢}/ جم على الأقل وتحسين درجة العتامه. وفي نموذج آخر تتراوح قيمة BET بين ٢٠ و ٦٠ م^{٢}/ جم، وفي نموذج آخر أيضاً تتراوح بين ٢٠ و ٣٥ م^{٢}/ جم. ويكون لمكون titanium الذي يتفاعل مع الحمض تأثيراً متميزاً هنا.

وفي الطريقة طبقاً للاختراع، يتم ترسيب طبقة مركبات تشمل aluminium / phosphorus /

silicon /titanium على سطح جسيم titanium dioxide ، يشار إليها أدناه بالطبقة المختلطة للتبسيط. وتتم أولاً إضافة مكون aluminium وphosphorus إلى معلق الـ TiO_2، وفي هذا السياق يمكن أن تكون قيمة الرقم الهيدروجيني pH للمعلق إما في نطاق حمضي أو قلوي. وبعد ذلك، تتم إضافة مكون alkaline silicon ، مكون titanium يتفاعل مع الحمض و، اختيارياً، مكون واحد على الأقل منظم للرقم الهيدروجيني pH ، إلى المعلق، إما بشكل منفصل بأي ترتيب أو سوياً، بحيث تتراوح قيمة الرقم الهيدروجيني pH من ٤ إلى ٩ ومن ثم يتم ترسيب الطبقة المختلطة على سطح الجسيم.

وتبدأ طريقة معالجة السطح التي بنى عليها الاختراع بمعلق TiO_2 مائي، والأفضل معلق مطحون في الحالة الرطبة (خطوة أ). وعندما يكون ذلك مناسباً، يتم إجراء الطحن في الحالة الرطبة في وجود عامل تشتيت. ويتم القيام بمعالجة السطح أثناء الطحن في الحالة الرطبة. ويشتمل الـ TiO_2 على جسيمات TiO_2 غير مغلفة، أي جسيمات مادة TiO_2 الأساسية، التي يتم إنتاجها بواسطة عملية sulphate (SP) أو عملية chloride (CP). وعادة ما يتم الوصول إلى ثبات المادة الأساسية كيميائياً، بإضافة aluminium بمعدل يتراوح من ٠.٣ إلى ٣٪ بالوزن، وهي نسبة محسوبة للـ aluminium في صورة AL_2O_3، وفائض أكسجين بنسبة تتراوح من ٢ إلى ١٥٪ في الطور الغازي أثناء أكسدة titanium tetrachloride ليتحول إلى titanium dioxide في عملية الـ CP، وإلا شابة باستخدام Al أو Sb أو Nb أو Zn، على سبيل المثال، في عملية الـ SP. ويفضل استخدام rutile ، وخصوصاً المنتج بواسطة عملية chloride . ويمكن إجراء طريقة معالجة السطح عند درجة حرارة تقل عن ٨٠ °م، وفي نموذج آخر عند درجة حرارة تتراوح من ٥٥ إلى ٦٥ °م.

ويمكن ضبط المعلق المذكور في خطوة أ) ليكون إما قاعدياً أو حمضياً.

وفي خطوة ب)، تتم إضافة مكون aluminium و phosphorus . مكونات aluminium المناسبة لطريقة معالجة السطح طبقاً للاختراع تتمثل في الأملاح القابلة للذوبان في الماء التي تتفاعل مع قلوي أو حمض، مثل sodium aluminate ، و aluminium sulphate ، و aluminium nitrate ، و aluminium chloride ، و aluminium acetate ، إلخ. ولا يجب أن يفهم أن هذه المجموعة المختارة هي مجموعة حصرية. ويجب إضافة مكون aluminium بكمية تتراوح من ١ إلى ٩٪ بالوزن، محسوبة aluminium في صورة AL_2O_3 وعلى أساس جسيم الـ TiO_2. وفي نموذج آخر، تتم إضافة مكون aluminium بكمية تتراوح من ١.٥ إلى ٤.٥٪ بالوزن، محسوبة للـ aluminium في صورة AL_2O_3 وعلى أساس جسيم الـ TiO_2.

ومركبات phosphorus المناسبة هي مركبات غير عضوية، مثل مركبات الفوسفات القلوية alkali phosphates ، و ammonium phosphate ، و polyphosphates ، و ammonium phosphate ، و polyphosphates ، و phosphoric acid ، إلخ. ولا يجب أن يفهم أن هذه المجموعة المختارة هي مجموعة حصرية. والمركبات الأكثر تفضيلاً هي disodium hydrogenphosphate أو phosphoric acid . وتتم إضافة مكون phosphorus بتركيز يتراوح من ١ إلى ٥٪ بالوزن، محسوباً للـ phosphorus في صورة P_2O_5 وعلى أساس جسيم الـ TiO_2. وفي نموذج آخر، تتم إضافة مكون phosphorus بتركيز يتراوح من ١.٥ إلى ٤٪ بالوزن، محسوباً للـ phosphorus في صورة P_2O_5 وعلى أساس جسيم الـ TiO_2.

وفي خطوة جـ)، تتم إضافة مكون alkaline silicon ، ومكون تيتانيوم يتفاعل مع حمض و، اختيارياً، مكون منظم للرقم الهيدروجيني pH ، واحد أو أكثر، بحيث يتم الوصول إلى قيمة للرقم

الهيدروجيني pH تتراوح من ٤ إلى ٩. وفي نموذج آخر، يتم الوصول إلى قيمة للرقم الهيدروجيني pH تتراوح من ٤ إلى ٦. ويفضل أن يكون مكون alkaline silicon عبارة عن زجاج الصوديوم أو البوتاسيوم المائي sodium or potassium waterglass. وتتم إضافة ما يتراوح من ٠.١ إلى ٥٪ بالوزن من SiO_2، يشار إليه بجسيم TiO_2 غير المغلَّف. وفي نموذج آخر، تتم إضافة ما يتراوح من ١ إلى ٣٪ بالوزن من SiO_2، يشار إليه بجسيم TiO_2 غير المغلَّف.

ويمكن أن يكون مكون acid titanium عبارة عن titanium oxide chloride و titanium oxide sulphate . وتتم إضافة ٠.١ إلى ٦٪ بالوزن من مكون titanium ، محسوبة للـ titanium في صورة TiO_2 وعلى أساس جسيم TiO_2 غير المغلَّف.

ويمكن أن يكون المكون المنظم للرقم الهيدروجيني pH ، المستخدم عبارة عن حمض أو محلول قلوي . ومن أمثلة الأحماض التي يمكن استخدامها، sulphuric acid ، و hydrochloric acid ، وphosphoric acid ، أو أي حمض مناسب آخر. وعلاوة على هذا، يمكن أيضاً استخدام ملح مناظر ناتج عن تفاعل حمض، مثل aluminium sulphate ، بدلاً من الحمض. ويفضل استخدام محلول Sodium hydroxide ليكون هو المحلول القلوي القوي. كما أن الأملاح الناتجة عن تفاعل قلوي مناسبة أيضاً. والشخص المتمرس في المجال لابد وأن يكون على دراية بالمركبات المناسبة المنظمة للرقم الهيدروجيني pH . ولا يجب أن يفهم أن المركبات المختارة هي مركبات حصرية.

ولقد ثبت أن من المفيد وضع، في خطوة تالية)، طبقة من aluminium oxide على الطبقة المختلطة بطريقة تمكن من الحفاظ على قيمة الرقم الهيدروجيني pH في مدى يتراوح من ٤ إلى

٩، عن طريق إضافة مكون قلوي ومكون حمضي على التوازي (مثل sodium aluminate / aluminium sulphate)، أو بإضافة مكون aluminium قلوي، مثل sodium aluminate ، وحمض، مثل sulphuric acid أو hydrochloric acid ، أو بإضافة مكون aluminium حمضي، مثل aluminium sulphate ، سوياً مع محلول قلوي قوي، مثل NaOH. وفي هذا السياق، يمكن إضافة أيٍ من المكونين بطريقة تمكن من الحفاظ على قيمة الرقم الهيدروجيني pH عند قيمة تتراوح من ٤ إلى ٩، أو يمكن إضافة المكونات في توليفة تُغير من قيمة الرقم الهيدروجيني pH في حدود قيمة تتراوح من ٤ إلى ٩ أثناء الإضافة. والشخص المتمرس في المجال على دراية بمثل هذه الإجراءات.

وبالنسبة لضبط قيمة الرقم الهيدروجيني pH استخدم، على سبيل المثال، محاليل قلوية قوية أو أحماض (مثل، NaOH/ H_2SO_4)، أو محاليل ملح ناتج عن تفاعل قلوي أو حمض (مثل sodium aluminate / aluminium sulphate). ولقد ثبت أنه من المفيد على نحو خاص إجراء المعالجة عن قيمة الرقم الهيدروجيني pH التي سبق ضبطها في الخطوة جـ).

وكلما ومتى يكون ذلك مطلوباً، يتم ضبط قيمة الرقم الهيدروجيني pH عند قيمة تتراوح بين ٦ و ٧ تقريباً في خطوة هـ) نهائية، مثلاً باستخدام محاليل قلوية قوية/ أحماض (مثل، NaOH/ H_2SO_4) أو باستخدام محاليل قلوية/ حمضية، مثل sodium aluminate / aluminium sulphate .

وتتم إضافة كمية مكونات aluminium المستخدمة في الخطوات جـ) و د) و هـ)، محسوبة للـ aluminium في صورة AL_2O_3، إلى كمية AL_2O_3 التي سبق استخدامها في خطوة ب). وفي أحد النماذج، يتراوح إجمالي مكونات aluminium المستخدمة في الخطوات من ب) إلى هـ)، محسوبة للـ aluminium في صورة AL_2O_3 وعلى أساس جسيم TiO_2 غير المغلَّف، من

١ إلى ٩٪ بالوزن. وفي نموذج آخر، يتراوح هذا الإجمالي من ٢ إلى ٨٪ بالوزن. وفي نموذج آخر أيضاً، يتراوح هذا الإجمالي من ٣ إلى ٦.٥٪ بالوزن.

وبالمثل، فإنه تتم إضافة كمية مكون phosphorus التي من الممكن استخدامها في الخطوتين جـ) و د)، محسوبة للـ phosphorus في صورة P_2O_5، إلى كمية P_2O_5 المستخدمة في خطوة ب).

٥ وفي أحد النماذج، يتراوح إجمالي مكونات الـ phosphorus المستخدمة في الخطوات من ب) إلى د)، محسوبة للـ phosphorus في صورة P_2O_5، على نحو مثالي، من ١ إلى ٥٪ بالوزن، ويفضل ٪ بالوزن، محسوبة للـ phosphorus في صورة P_2O_5 وعلى أساس جسيم TiO_2 غير المغلَّف. وفي نموذج آخر، يتراوح هذا الإجمالي من ١.٥ إلى ٤٪ بالوزن.

وفي نموذج بديل للاختراع، لا يتم استخدام أية كميات ملحوظة من مكون Zr أو Ce.

١٠ وكقاعدة، ليس من الضروري إخضاع الصبغ الذي تمت معالجة الموجود على السطح، لمعالجة حرارية نهائية عند درجات حرارة تزيد عن ٢٠٠ °م.

وفي أحد نماذج الطريقة طبقاً للاختراع، تتمثل نقطة البداية في معلق TiO_2 قلوي. وفي هذه الحالة، فإن خطوة أ) تشمل أولاً ضبط المعلق عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ١٠ على الأقل باستخدام مركبات قلوية مناسبة، مثل NaOH. وإذا تم إجراء الطحن في الحالة الرطبة، فإن ١٥ هذا يجب أن يتم على نحو مثالي، قبل عملية الطحن.

وفي خطوة ب)، تتم بعد ذلك إضافة مكون aluminium وphosphorus إلى المعلق، حيث يكون كل منهما في صورة محلول مائي. وأثناء إضافة المكونات، يتم الحفاظ على الرقم الهيدروجيني pH للمعلق عند قيمة تبلغ ١٠ على الأقل. وبدلاً من ذلك، يتم الحفاظ على الرقم الهيدروجيني

pH عند ١٠.٥ على الأقل. وفي نموذج آخر أيضاً يبلغ الرقم الهيدروجيني pH ١١ على الأقل.

ويصلح sodium aluminate بوجه خاص كمكون aluminium قلوي. وإذا تم استخدام مركب ناتج عن تفاعل حمض، مثل aluminium sulphate ، فإن إضافته سوف تخفض من قيمة الرقم الهيدروجيني pH إلى أقل من ١٠، ولقد ثبت أنه من المفيد تعويض هذا التأثير عن طريق إضافة مركب قلوي مناسب، مثل NaOH. والشخص المتمرس في المجال لابد وأن يكون على دراية بالمركبات القلوية المناسبة والكميات المطلوبة للحفاظ على الرقم الهيدروجيني pH عند قيمة تبلغ ١٠ على الأقل. وفي حالة استخدام مكونات phosphorus التي تتسبب إضافتها في خفض قيمة الرقم الهيدروجيني pH إلى أقل من ١٠، ثبت بالمثل أنه من المفيد تعويض هذا التأثير عن طريق إضافة مركب قلوي مناسب، مثل NaOH. والشخص المتمرس في المجال لابد أن يكون على دراية بالمركبات القلوية المناسبة والكميات المطلوبة للحفاظ على الرقم الهيدروجيني pH عند قيمة تبلغ ١٠ على الأقل. ويمكن إضافة مكون AL و P إلى المعلق بأي ترتيب، وكل على حدة واحداً تلو الآخر، أو في نفس الوقت.

وفي الخطوة جـ)، تتم بعد ذلك إضافة مكون alkaline silicon ، وإضافة مكون تيتانيوم يتفاعل مع حمض و، عندما يكون ذلك مناسباً، إضافة، على نحو اختياري، مكون آخر واحد على الأقل منظم للرقم الهيدروجيني pH ، من أجل ضبط الرقم الهيدروجيني pH عند قيمة تتراوح من ٤ إلى ٩. ويمكن إضافة مكون silicon ، ومكون titanium الذي يتفاعل مع حمض، والمكون (المكونات) الآخر المنظم للرقم الهيدروجيني pH ، إما على التتابع أو بالتزامن، وكذلك على عدة مراحل وبأي ترتيب.

وفي أحد نماذج الاختراع، يكون مكون alkaline silicon عبارة عن زجاج صوديوم أو بوتاسيوم

مائي sodium or potassium waterglass ، ومكون titanium عبارة عنtitanium oxide chloride والمكون الذي يتفاعل مع حمض الذي يستخدم بشكل إضافي عبارة عن hydrochloric acid .

وفي نموذج بديل للطريقة طبقاً للاختراع، تبدأ معالجة السطح طبقاً للاختراع في مدى رقم هيدروجيني pH حمضي.

وفي هذه الحالة، فإن خطوة ب) تتضمن إضافة مكونات aluminium وphosphorus هذه بحيث ينتج عن الإضافة أن تصبح قيمة الرقم الهيدروجيني pH للمعلق أقل من ٤. وللشخص المتمرس في المجال مطلق الحرية في أن يقوم بخفض قيمة الرقم الهيدروجيني pH بالفعل قي خطوة أ) عن طريق استخدام حمض مناسب، أو خفض قيمة الرقم الهيدروجيني pH إلى أقل من ٤ في خطوة ب) باستخدام توليفة مناسبة من المكونات، وإضافة حمض عندما يكون ذلك ملائماً. وعلى سبيل المثال، فإن توليفة مكونة من sodium aluminate / phosphoric acid أو disodium hydrogenphosphate / aluminium sulphate ، تكون مناسبة. ويمكن إضافة المكونات إلى المعلق بأي ترتيب، وكل على حدة واحداً تلو الآخر، أو بالتزامن. وفي خطوة جـ)، تتم إضافة مكون alkaline silicon مثل زجاج الصوديوم أو البوتاسيوم المائي sodium or potassium waterglass ، ومكون التيتانيوم الذي يتفاعل مع حمض، مثل titanium oxide chloride . ومن الممكن أن تكون إضافة مكون آخر منظم للرقم الهيدروجيني pH ، ضرورية، من أجل ضبط الرقم الهيدروجيني pH عند قيمة تتراوح من ٤ إلى ٩. ويمكن إضافة المكونات في الخطوة جـ) إما على التتابع أو بالتزامن، وكذلك على مراحل متعددة وبأي ترتيب. وبناءً على كمية، وطبيعة، وترتيب المكونات التي تضاف في خطوة جـ)، يمكن أن تقع قيمة الرقم الهيدروجيني pH للمعلق قليلاً إلى قيم تزيد عن ٩ خلال عمليات الإضافة المستقلة.

ويتم فصل TiO_2 المعالَج الذي يوضع على السطح عن المعلق باستخدام طرق الترشيح المعروفة للشخص المتمرس في المجال، ويتم غسل عجينة الترشيح الناتجة من أجل إزالة الأملاح القابلة للذوبان. ولتحسين ثبات الصبغ عند التعرض للضوء، في الرقاقة، يمكن إضافة مركب يحتوي على نيترات، مثل KNO_3 و $NaNO_3$ و $Al(NO_3)_3$ إلى المعجون الناتج عن الترشيح بكمية تتراوح من ٠.٠٥ إلى ١٪ بالوزن، محسوبة للمركب في صورة NO_3، قبل أو أثناء عملية التجفيف التالية. وأثناء عملية الطحن التالية، مثلاً في مطحنة بخار، يمكن إضافة مركب عضوي إلى الصبغ، بكمية تقع في المدى المستخدم عادة في تصنيع أصباغ TiO_2 والمعروف لدى الشخص المتمرس في المجال، مثل الكحولات المتعددة polyalcohols (trimethylolpropane). وبدلاً من إضافة مركبات تحتوي على nitrate قبل أو أثناء التجفيف، فإنه يمكن أيضاً إضافة هذه المواد أثناء الطحن.

وعند مقارنته بالأصباغ المرجعية reference pigments ، فإن الصبغ الذي يتم تصنيعه طبقاً لهذه الطريقة يُظهر درجة عتامه محسنة ويكون مناسباً بدرجة مثالية للاستخدام في ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers . وعلاوة على هذا، فإن صبغ titanium dioxide طبقاً للاختراع يتميز بحقيقة أنه يمكن ضبط نقطة التعادل الكهربي (تساوي الجهد الكهربي) (IEP) عبر كمية TiO_2 أو SiO_2 المترسب في خطوة جـ) و AL_2O_3 في خطوة د). ونقطة IEP هي التي تميز قيمة الرقم الهيدروجيني pH لمعلق الصبغ المائي التي عندها تقترب شحنة سطح الصبغ من الصفر. وبناءً على هذا يمكن إزاحة شحنة سطح الصبغ طبقاً للاختراع لتقع في مدى موجب أو سالب، بناءً على متطلبات عملية تصنيع الورق.

وعادة ما يتم إجراء طريقة معالجة السطح طبقاً للاختراع بنظام الدفعات. ومع ذلك، من الممكن

إجراء المعالجة بشكل مستمر، وفي هذه الحالة لابد من استخدام معدة خلط مناسبة، مثلما هو معلوم للشخص المتمرس في المجال، لضمان الخلط التام وبالدرجة الكافية.

أمثلة

سيتم الآن وصف أمثلة على الاختراع، إلاَّ أنه ليس من المقصود أن تحد هذه الأمثلة من مجال الاختراع.

مثال رقم ١

تم ضبط معلق عبارة عن TiO_2 من نوع rutile مطحون بالرمل، تم التحصل عليه من عملية كلوريد باستخدام تركيز من TiO_2 يبلغ ٣٥٠ جم/ لتر، عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ١٠ باستخدام NaOH عند درجة ٦٠ ْم. وفي أثناء التقليب، تمت إضافة ٣.٥٪ بالوزن من AL_2O_2 إلى المعلق في صورة sodium aluminate . وبعد التقليب لمدة ١٠ دقائق، تمت إضافة ٢.٤٪ بالوزن من P_2O_5 في صورة محلول disodium hydrogenphosphate . ثم تلى ذلك التقليب لمدة ١٠ دقائق. وفي الخطوة التالية، تم ضبط المعلق عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ٥ بإضافة titanium oxide chloride (ما يعادل ٣٪ بالوزن من TiO_2) و ٢.٤٪ بالوزن من SiO_2 في صورة زجاج صوديوم مائي sodium waterglass . وفي هذا السياق، تمت إضافة SiO_2 على خطوتين، كل منهما تمثل ١.٢٪ بالوزن من SiO_2، عند قيمتي رقم هيدروجيني pH ١٠.٥ و ٧، بالتوازي مع إضافة titanium oxide chloride . وبعد التقليب لمدة ١٠ دقائق، تمت بعد ذلك إضافة ١.٩٪ بالوزن من AL2O3 في صورة إضافة متوازية لكل من محلول sodium

aluminate و HCL، بحيث تم الحفاظ على قيمة الرقم الهيدروجيني pH عند ٥.

وبعد التقليب لمدة ٣٠ دقيقة، تم ضبط المعلق عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH حوالي ٥.٨ بمساعدة محلول sodium aluminate قلوي، وتم ترشيحه وتنقيته من الأملاح القابلة للذوبان في الماء عن طريق الغسيل. وتم تجفيف المعجون الراشح الذي تم غسله في المجفف اللوحي ثم بعد ذلك تم طحنه في مطحنة بخار. ولقد أظهر الصبغ قيمة BET تبلغ ٣٢ م٢/ جم، وكانت نقطة التعادل الكهربي عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ٥.٢. وأثناء تحضير الرقاقات اليدوية، تم ضبط قيمة الجهد زيتا خاصة المعلق المخزن المخفف عند قيمة + ١٦ ملي فولط أو – ١٢ ملي فولط، بإضافة عامل لمقاومة الرطوبة.

مثال رقم ٢

تم ضبط معلق عبارة عن TiO_2 من نوع rutile مطحون بالرمل، تم التحصل عليه من عملية كلوريد باستخدام تركيز من TiO_2 يبلغ ٣٥٠ جم/ لتر، عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ١٠ باستخدام NaOH عند درجة ٦٠ م. وفي أثناء التقليب، تمت إضافة ٣.٥٪ بالوزن من AL_2O_2 إلى المعلق في صورة sodium aluminate . وبعد التقليب لمدة ١٠ دقائق، تمت إضافة ٢.٤٪ بالوزن من P_2O_5 في صورة محلول disodium hydrogenphosphate . ثم تلى ذلك التقليب لمدة ١٠ دقائق. وفي الخطوة التالية، تم ضبط المعلق عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ٥ بإضافة titanium oxide chloride (ما يعادل ٢.٨ ٪ بالوزن من TiO_2). وبعد ذلك، تمت إضافة ١.٢٪ بالوزن من SiO_2 في صورة زجاج صوديوم مائي sodium waterglass . وبعد التقليب لمدة ١٠ دقائق، تم ضبط قيمة الرقم الهيدروجيني pH عند ٥ باستخدام HCl. وبعد ذلك، تمت إضافة ١.٩٪ بالوزن من AL_2O_3 في صورة إضافة متوازية لكل من محلول sodium aluminate

و HCL، بحيث تم الحفاظ على قيمة الرقم الهيدروجيني pH عند ٥.

وبعد التقليب لمدة ٣٠ دقيقة، تم ضبط المعلق عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH حوالي ٥.٨ بمساعدة محلول sodium aluminate قلوي، وتم ترشيحه وتنقيته من الأملاح القابلة للذوبان في الماء عن طريق الغسيل. وتم تجفيف المعجون الراشح الذي تم غسله في المجفف اللوحي ثم بعد ذلك تم طحنه في مطحنة بخار. ولقد أظهر الصبغ قيمة BET تبلغ ٢٦ م^{٢}/ جم، وكانت نقطة التعادل الكهربي عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ٦.

وأثناء تحضير الرقاقات اليدوية، تم ضبط قيمة الجهد زيتا خاصة المعلق المخزن المخفف عند قيمة + ١٨ ملي فولط أو – ١٤ ملي فولط، بإضافة عامل لمقاومة الرطوبة.

مثال رقم ٣

مثل مثال رقم ٢، إلاَّ أنه تمت إضافة زجاج الصوديوم المائي sodium waterglass (ما يعادل ٢.٤٪ بالوزن من SiO_2) إلى المعلق قبل محلول titanium oxide chloride (ما يعادل ٣٪ بالوزن من TiO_2).

ولقد أظهر الصبغ قيمة BET تبلغ ٣٠ م^{٢}/ جم، وكانت نقطة التعادل الكهربي عن قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ٥.٩.

وأثناء تحضير الرقاقات اليدوية، تم ضبط قيمة الجهد زيتا خاصة المعلق المخزن المخفف عند قيمة + ١٢ ملي فولط أو – ١٦ ملي فولط بإضافة عامل لمقاومة الرطوبة.

مثال رقم ٤

مثل مثال رقم ٣، إلاَّ أنه تم استخدام ١.٢٪ بالوزن من SiO_2 و ٢.٩٪ بالوزن من TiO_2. ولقد أظهر الصبغ قيمة ٢٧ م^2/ جم، وكانت نقطة التعادل الكهربي عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ٦.٢.

٥ مثال رقم ٥

مثل مثال رقم ٣، إلاَّ أنه تم استخدام ٠.٦٪ بالوزن من SiO_2 و ٢.٩٪ بالوزن من TiO_2. ولقد أظهر الصبغ قيمة ٢٦ م^2/ جم، وكانت نقطة التعادل الكهربي عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ٦.٤.

مثال مقارن رقم ١

١٠ تم ضبط معلق عبارة عن TiO_2 من نوع rutile مطحون بالرمل، تم التحصل عليه من عملية كلوريد باستخدام تركيز من TiO_2 يبلغ ٣٥٠ جم/ لتر، عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ١٠ باستخدام NaOH عند درجة ٦٠ °م. وفي أثناء التقليب، تمت إضافة ٢٪ بالوزن من AL_2O_2 إلى المعلق في صورة محلول sodium aluminate . وبعد التقليب لمدة ١٠ دقائق، تمت إضافة ٢.٤٪ بالوزن من P_2O_5 في صورة محلول disodium hydrogenphosphate . ثم تلى ذلك ١٥ التقليب لمدة ١٠ دقائق. وفي الخطوة التالية، تم ضبط المعلق عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ٥ بإضافة محلول aluminium sulphate (ما يعادل ٢.٦ ٪ بالوزن من TiO_2). وبعد ذلك، تمت إضافة ٠.٨٪ بالوزن من AL_2O_3 في صورة إضافة متوازية لaluminium sulphate وsodium aluminate ، بحيث تم الحفاظ على قيمة الرقم الهيدروجيني pH عند ٥. وبعد التقليب

لمدة ٣٠ دقيقة، تم ضبط المعلق الحمضي عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH حوالي ٥.٨ بمساعدة محلول sodium aluminate قلوي، وتم ترشيحه وتنقيته من الأملاح القابلة للذوبان في الماء عن طريق الغسيل. وتم تجفيف المعجون الراشح الذي تم غسله في المجفف اللوحي ثم بعد ذلك تم طحنه في مطحنة بخار. ولقد أظهر الصبغ قيمة BET تبلغ ١٢ م^2/ جم.

وأثناء تحضير الرقاقات اليدوية، تم ضبط الجهد زيتا للمعلق المخزن المخفف عند قيمة تبلغ + ١٦ ملي فولط في كل حالة بإضافة عامل لمقاومة الرطوبة. أدى ضبط الجهد زيتا عند قيمة سالبة إلى الوصول إلى مقاومة غير كافية للرطوبة، للورق.

مثال مقارن رقم ٢

تم ضبط معلق عبارة عن TiO_2 من نوع rutile مطحون بالرمل، تم التحصل عليه من عملية كلوريد باستخدام تركيز من TiO_2 يبلغ ٣٥٠ جم/ لتر، عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ١٠ باستخدام NaOH عند درجة ٦٠ °م. وفي أثناء التقليب، تمت إضافة ٢٪ بالوزن من AL_2O_2 إلى المعلق في صورة محلول sodium aluminate . وبعد التقليب لمدة ١٠ دقائق، تمت إضافة ٢.٤٪ بالوزن من P_2O_5 في صورة محلول disodium hydrogenphosphate . ثم تلى ذلك التقليب لمدة ١٠ دقائق. وتمت إضافة ١٪ بالوزن من SiO_2 في صورة زجاج صوديوم مائي sodium waterglass إلى المعلق. وفي الخطوة التالية، تم ضبط المعلق عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH تبلغ ٥ بإضافة محلول aluminium sulphate (ما يعادل ٢.٧ ٪ بالوزن من Al_2O_3). وبعد ذلك، تمت إضافة ٠.٨٪ بالوزن من AL_2O_3 في صورة إضافة متوازية

لaluminium sulphate و sodium aluminate ، بحيث تم الحفاظ على قيمة الرقم الهيدروجيني pH عند ٥. وبعد التقليب لمدة ٣٠ دقيقة، تم ضبط المعلق الحمضي عند قيمة للرقم الهيدروجيني pH حوالي ٥.٨ بمساعدة محلول sodium aluminate قلوي، وتم ترشيحه وتنقيته من الأملاح القابلة للذوبان في الماء عن طريق الغسيل. وتم تجفيف المعجون الراشح الذي تم غسله في المجفف اللوحي ثم بعد ذلك تم طحنه في مطحنة بخار. ولقد أظهر الصبغ قيمة BET تبلغ ١٢ م^{٢}/ جم.

طرق ونتائج الاختبار

طرق الاختبار

من أجل اختبار الخواص الضوئية لورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers ، وبالتالي نوعية صبغ titanium dioxide ، من المهم مقارنة ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers مع محتوي رماد مماثل. وتم إنتاج رقاقات من ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers حيث بلغ وزن الرقاقة ٨٠ جم/م^{٢} تقريباً ومحتوى رماد يبلغ ٣٠ جم/ م^{٢}.

وتم إنتاج رقاقات ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers بطريقتين مختلفتين على التوازي. وفي "الطريقة المكونة من خطوة واحدة"، تم تشتيت الصبغ المراد اختباره في الماء بالتزامن مع عجينة الورق pulp وعامل مقاومة الرطوبة المتوفر على المستوى التجاري، من أجل إنتاج الرقاقات. ثم تلي ذلك عملية تشكيل الرقاقات. والشخص الخبير في المجال لابد وأن يكون على دراية بهذا الإجراء. واستمرت إضافة عامل مقاومة الرطوبة حتى أصبح الجهد زيتا

للمعلق المخزن المخفف، مقاساً باستخدام جهاز قياس الجهد زيتا طراز Mütek SZP 06، يتراوح من + ١٠ ملي فولط إلى + ٢٠ ملي فولط.

وفي "طريقة الفصل" تمت في البداية تشتيت عجينة الورق pulp وكمية محددة سلفاً من العامل المقاوم للرطوبة، في الماء. وبعد فترة احتجاز تمت إضافة الصبغ المراد اختباره وتشتيته. وتلى ذلك عملية تشكيل الرقاقة.

والشخص المتمرس في المجال لابد وأن يكون على دراية بهذا الإجراء.

وتم تحديد الكمية الضرورية من عامل مقاومة الرطوبة في اختبار منفصل بمساعدة الجهد زيتا للمعلق المخزن المخفف. وتم تشتيت كمية معلومة من عجينة الورق pulp وصبغ titanium dioxide في الماء عند هذه المرحلة.

وبعد ذلك تمت إضافة عامل مقاومة الرطوبة حتى أصبح الجهد زيتا للمعلق المخزن المخفف يتراوح من – ١٠ ملي فولط إلى – ٢٠ ملي فولط. وكانت كمية العامل المقاوم للرطوبة المستخدم في كلتا الطريقتين في المعدل المعتاد حيث شكلت نسبة تتراوح من ١ إلى ٤٪ بالوزن من عامل مقاومة الرطوبة (المادة الفعالة)، على أساس عجينة الورق pulp (مجففة في فرن).

وبعد ذلك، تم تحديد محتوى titanium dioxide (الرماد) للرقاقة ودرجة احتجاز الصبغ.

أ) محتوى الرماد

تم تحديد محتوى titanium dioxide عن طريق إحراق وزن معين من الورق المنتج وتحويله إلى رماد في محرقة سريعة عند ٩٠٠ °م. وتم الحصول على محتوى TiO_2 بالكتلة (الرماد) في

صورة نسبة مئوية بالوزن، عن طريق وزن المتبقي. وتم استخدام الصيغة الآتية التي تستخدم كأساس لحساب محتوى الرماد:

محتوى الرماد جم/ م^{٢}] = (الرماد [نسبة مئوية بالوزن] × الوزن بالجرام بجم/ م^{٢}]/ ١٠٠ [٪].

ب) الخواص الضوئية

٥ تم تحديد الخواص الضوئية للأصباغ في الرقاقات.

وفي هذه الحالة تم تشريب ورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers براتنج تشريب ميلامين معدّل وتم ضغطه في صورة رقاقات. ولقد تم غمر الرقاقة المراد تشريبها بالراتنج، تماماً في محلول راتنج الميلامين، وبعد ذلك تم سحبها بين شفرتي طبيب من أجل التأكد من وضع كمية محددة من الراتنج ثم تم تكثيفها مبدئياً في الحال عند ١٣٠ ْم في فرن تجفيف يعاد فيه ١٠ تدوير الهواء. وتراوحت كمية الراتنج التي تم وضعها من ١٢٠ إلى ١٤٠٪ بالوزن من وزن الرقاقة. ولقد احتوت الرقاقة على محتوى باقٍ من الرطوبة يبلغ ٦٪ بالوزن تقريباً. وتم دمج الرقاقات التي تم تكثيفها في كتب ذات أوراق أساسية مشربة براتنج فينولي وورقة تمثل طبقة تحتية بالأبيض والأسود.

ولقد اشتملت بنية الرقاقة التي استخدمت لاختبار الأصباغ الخاضعة للاختبار، على ١١ طبقة: ١٥ ورق زخرفة رقيق، طبقة تحتية أبيض/ أسود، ورقة أساسية، ورقة أساسية، ورقة أساسية، طبقة تحتية بيضاء، ورقة أساسية، ورقة أساسية، ورقة أساسية، طبقة تحتية أبيض/ أسود، ورق زخرفة رقيق. وتم ضغط الكتب لمدة ٣٠٠ ثانية بمساعدة ضاغط ترقيق من نوع Wickert Type 2742 عند درجة حرارة ١٤٠ ْم وتحت ضغط ٩٠٠ نيوتن/ سم^{٢}.

وتم قياس الخواص الضوئية للرقاقات باستخدام مقياس للطيف الضوئي، متوفر تجارياً.

ولاختبار الخواص الضوئية للرقاقات، تم تحديد القيم الضوئية لورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers (CIELAB L*, a*, b*) حتى DIN 6174 بمساعدة مقياس لوني من نوع ELREPHO® 3000 فوق طبقة تحتية أبيض وأسود. وتم قياس درجة العتامه لانتقال الضوء في الورق. وتم اختبار المتغيرات الآتية كمقياس لدرجة العتامه للرقاقات: $CIELAB\ L^*_{black}$، لمعدل الرقاقات عند قياسه فوق ورق يمثل طبقة تحتية سوداء، وقيمة العتامه L (نسبة مئوية) = $Y_{أسود}$/ $Y_{أبيض}$ × ١٠٠، تم تحديدها من قيمة Y لورق الزخرفة الرقيق decorative laminating papers مقاسة فوق ورق يمثل طبقة تحتية سوداء ($Y_{أسود}$) وقيمة Y المقاسة فوق ورق يمثل طبقة تحتية بيضاء ($Y_{أبيض}$).

جـ) مساحة السطح النوعية لـ BET (Brunauer-Emmett-Teller)

تم تحديد سطح الـ BET مقاساً طبقاً للمبدأ الحجمي الساكن، باستخدام Tristar 3000 من Micromeritics.

د) نقطة التعادل الكهربي

لقد بنيت طريقة القياس على تحديد تحرك جسيمات الصبغ بالإشراد الكهربي في محلول إلكتروليتي عند تطبيق مجال كهربي. ولقد تم تشتيت الصبغ المراد اختباره في محلول KCL مائي تركيزه ٠.٠١ مولار. وبعد ذلك تم تحديد شكل الجهد زيتا للعينة كدالة في قيمة الرقم الهيدروجيني pH باستخدام Zetasizer 3000 HSA من Malvern. وتصف نقطة التعادل الكهربي قيمة الرقم الهيدروجيني pH التي يكون عندها الجهد زيتا صفراً.

نتائج الاختبار

الصبغ	BET	درجة العتامه (+)		درجة العتامه (-)	
	[م٢/ جم]	L* أسود	L [نسبة مئوية]	L* أسود	L [نسبة مئوية]
مثال ١	٣٢	٩٠.٧	٩١.٩	٩٠.٨	٩٢.٢
مثال ٢	٢٦	٩٠.٤	٩١.٥	٩٠.٨	٩٢.٣
مثال ٣	٣٠	٩٠.٥	٩١.٦	٩٠.٩	٩٢.٢
المثال المقارن ١	١٢	٩٠.٢	٩١.٠	--	--
المثال المقارن ٢	١٢	٩٠.٣	٩١.٠	لم تتحدد	لم تتحدد

(+) الجهد زيتاً للمعلق المخزن المخفف مضبوطاً عند قيمة موجبة

(-) الجهد زيتاً للمعلق المخزن المخفف مضبوطاً عند قيمة سالبة

-- لم يتم الوصول إلى مقاومة رطوبة كافية بالنسبة للورق

٥ n.d. لم تتحدد

ولقد أظهرت أصباغ الأمثلة ١ و ٢ و ٣ طبقاً للاختراع درجة عتامه محسنة قيم bet أعلى مقارنة بصبغ المثال المقارن ١ والمثال المقارن ٢.

وعلاوة على هذا، أظهرت أصباغ الأمثلة ١ و ٢ أو ٣ و ٤ و ٥، أن زيادة محتوي SiO_2 في طبقة التغليف أزاحت نقطة التعادل الكهربي (IEP) باتجاه قيم أقل للرقم الهيدروجيني pH . وعلى ١٠ عكس صبغ المثال المقارن ١، يمكن ضبط كل من الجهد زيتا الموجب والسالب عند استخدام الأصباغ المذكورة في الأمثلة وإضافة كميات معتادة من عامل مقاومة الرطوبة.

عناصر الحماية

١ ١- صبغ titanium dioxide يحتوي على:

٢ جسيمات titanium dioxide من نوع rutile ، مغلفة،

٣ حيث تشتمل طبقة التغليف علـــى aluminium phosphate ، وaluminium oxide ، و titanium

٤ oxide ، وsilicon oxide ، وحيث تبلغ مساحة السطح النوعية لـــ BET للجسيمات ١٥ م^2/ جم

٥ على الأقل، ويفضل أن تتراوح من ٢٠ إلى ٦٠ م^2/ جم، وتحديداً من ٢٠ إلى ٣٥ م^2/ جم.

١ ٢- صبغ titanium dioxide طبقاً لعنصر الحماية رقم ١، حيث يتميز بأن:

٢ محتوى aluminium في طبقة التغليف يتراوح من ١ إلى ٩٪ بالوزن، ويفضـــل ٢ إلـــى ٨٪

٣ بالوزن، وتحديداً ٣ إلى ٦.٥٪ بالوزن، محسوبة للـــ aluminium في صورة AL_2O_3.

١ ٣- صبغ titanium dioxide طبقاً لعنصر الحماية رقم ١ أو ٢، حيث يتميز بأن:

٢ محتوى phosphorus في طبقة التغليف يتراوح من ١ إلى ٥٪ بالوزن، ويفضل من ١.٥ إلـــى

٣ ٤٪ بالوزن، محسوبة للـــ phosphorus في صورة P_2O_3.

١ ٤- صبغ titanium dioxide طبقاً لواحد أو أكثر من عناصر الحماية من ١ إلى ٣، حيث يتميز

٢ بأن:

٣ محتوى silicon في طبقة التغليف يتراوح من ٠.١ إلى ٥٪ بالوزن، ويفضل من ١ إلـــى ٣٪

٤ بالوزن، محسوبة للـــ silicon في صورة SiO_2.

١ ٥- صبغ titanium dioxide طبقاً لواحد أو أكثر من عناصر الحماية من ١ إلى ٤، حيث
٢ يتميز بأن :
٣ محتوى titanium في طبقة التغليف يتراوح من ٠.١ إلى ٦٪ بالوزن، محسوبة للـ titanium
٤ في صورة TiO_2.

١ ٦- استخدام صبغ titanium dioxide طبقاً لعنصر الحماية رقم ١ أو ٥ في تصنيع ورق
٢ زخرفة رقيق.

١ ٧- ورق زخرفة رقيق يحتوي على صبغ titanium dioxide طبقاً لعنصر الحماية رقم
٢ ١ أو ٥.

١ ٨- استخدام ورق زخرفة رقيق يحتوي على صبغ titanium dioxide طبقاً لعنصر الحماية رقم
٢ ١ أو ٥ في تصنيع مواد تغليف زخرفية.

١ ٩- مادة تغليف زخرفية تحتوي على ورق زخرفة رقيق طبقاً لعنصر الحماية رقم ٧.

١ ١٠- رقيقة تحتوي على ورق زخرفة رقيق طبقاً لعنصر الحماية رقم ٧.