

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 07.II.1969 (P 131 637)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 31.V.1971

Kl. 22 f, 1/26

MKP C 09 c, 1/26

CZYTELNIJA

UKD

Urzędu Patentowego
Państwa Europejskiej UniiWspółtwórcy wynalazku: Ludwik Chromy, Aleksander Tarnawski,
Elżbieta KamińskaWłaściciel patentu: Instytut Badawczo-Projektowy Przemysłu Farb i La-
kierów, Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania błękitu żelazowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania błękitu żelazowego stosowanego do pigmentowania farb w przemyśle farb i lakierów oraz w przemyśle graficznym.

Błękit żelazowy otrzymuje się przez działanie roztworu siarczanu żelazowego na roztwór żelazocyjanku potasu. Powstały osad żelazocyjanku żelazowego (białe ciasto) ogrzewa się w ciągu 6 godzin w temperaturze 80—100°C, a następnie po zakwaszeniu kwasem siarkowym utlenia się roztworem chloranu potasowego.

Powstałą zawiesinę pigmentu (błękitu żelazowego) odmywa się przez dekantację sączy na prasie filtracyjnej i suszy w temperaturze 80—100°C. Pigment ten ma twardą teksturę, co powoduje, że czas jego dyspergowania w spoiwach lakierowych jest znacznie dłuższy w porównaniu z czasem dyspergowania innych pigmentów.

Celem wynalazku jest opracowanie takiej metody otrzymywania błękitu żelazowego, w wyniku której otrzymany pigment charakteryzowałby się miękką teksturą, oraz łatwo i szybko dyspergował się w spoiwie lakierowym.

Stwierdzono, że błękit żelazowy o miękkiej teksturze można otrzymać, jeżeli do roztworu siarczanu żelazowego oraz do wody stosowanej do końcowego przemycia placka pigmentu wprowadzi się p-nitrofenol w ilości 0,5—1,5% wagowych w przeliczeniu na siarczan żelazawy siedmiowodny przy czym 25% całkowitej ilości p-nitrofenolu do-

2

daje się do roztworu siarczanu żelazowego, a pozostałe 75% do wody stosowanej do przemycia pigmentu.

Błękit żelazowy według wynalazku ma miękką teksturę, która jest wynikiem zmniejszenia polarności powierzchni kryształów pierwotnych poprzez zaadsorbowanie na niej drobin p-nitrofenolu o wysokim (5,02 D) momencie dipolowym.

Sposób otrzymania błękitu żelazowego według wynalazku:

Do roztworu siarczanu żelazowego dodaje się 0,125—0,375% p-nitrofenolu w przeliczeniu na $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Roztwór siarczanu żelazowego wlewa się do roztworu żelazocyjanku potasu celem wytrącenia żelazocyjanku żelazowego (białe ciasto) w temperaturze 90—100°C. Następnie po zakwaszeniu kwasem siarkowym utlenia się go roztworem chloranu potasu. Powstałą zawiesinę pigmentu (błękitu żelazowego) odmywa się przez dekantację i sączy na prasie filtracyjnej.

Przed wyjęciem pigmentu z prasy filtracyjnej przemycia się go 1%-owym roztworem p-nitrofenolu w wodzie; w ilości 0,375—1,125% p-nitrofenolu w przeliczeniu na $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Tak przemity i odfiltrowany pigment suszy się w temperaturze 80—100°C.

Dodanie p-nitrofenolu do siarczanu żelazowego w procesie strącania błękitu powoduje zmniejszenie polarności powierzchni tworzących się kryształów pierwotnych przez co zapobiega się tworze-

niu aglomeratów w procesie strącenia. Natomiast przemywanie pigmentu roztworem p-nitrofenolu przed suszeniem zapobiega tworzeniu się agregatów pigmentu podczas suszenia.

W tablicy podano szybkość ucierania błękitu żelazowego otrzymanego według wynalazku, cechującego się miękką teksturą oraz błękitu żelazowego cechującego się twardą teksturą.

Czas ucierania w minutach	Stopień przetarcia w mikronach	
	Błękit żelazowy według dotychczasowej metody — A	Błękit żelazowy według wynalazku — B
1	2	3
15	100	90
30	80	50
60	50	35
90	40	25
120	30	20
150	25	15

Jak wynika z powyższej tablicy błękit żelazowy według wynalazku cechuje się miękką teksturą, wskutek czego czas jego dyspergowania w spoiwach lakierowych skraca się około 50%.

Przykład. Do kadzi drewnianej o pojemności 5 m³, zawierającej roztwór 620 kg żelazocyjanku potasu w 3,6 m³ wody, ogrzany do temperatury 90—100°C dodaje się roztwór 600 kg siarczanu żelazawego siedmiowodnego, 1,2 kg p-nitrofenolu i 18 kg 72%-owego H₂SO₄ w 0,6 m³ wody. Do otrzymanego białego ciasta dodaje się z kolei 204 kg 72%-owego H₂SO₄, a potem roztwór chloranu potasu (48 kg w 0,25 m³ wody). Otrzymaną zawiesinę błękitu żelazowego przepompowuje się do prasy filtracyjnej i przemywa wodą.

Po odmyciu do założonej ilości soli rozpuszczalnych w wodzie, przez prasę przetłacza się roztwór 3,6 kg p-nitrofenolu rozpuszczonego w 0,5 m³ wody, po czym pigment wyjmuje się z prasy, suszy w temperaturze 80—100°C i miele.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania błękitu żelazowego przez reakcję roztworu siarczanu żelazawego z żelazocyjankiem potasowym, a następnie, po zakwaszeniu kwasem siarkowym, ultenienie roztworem chloranu potasowego, odmycie wodą, suszenie i mielenie, **znamienny tym**, że do roztworu siarczanu żelazawego i do wody stosowanej do końcowego przemycia zawiesiny pigmentu wprowadza się p-nitrofenol w ilości 0,5—1,5% w przeliczeniu na siarczan żelazawy siedmiowodny, przy czym 25% ilości p-nitrofenolu dodaje się do roztworu siarczanu żelazawego, a 75% do wody stosowanej do końcowego przemycia pigmentu.