

# PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

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

(21) Číslo dokumentu:

## 2013-793

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.:

**C09C 1/36** (2006.01)

**C09C 3/06** (2006.01)

**C09C 1/44** (2006.01)

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **15.10.2013**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **16.07.2014**  
(Věstník č. 29/2014)

(71) Přihlašovatel:  
Vysoká škola báňská-Technická univerzita Ostrava,  
Ostrava-Poruba, CZ

(72) Původce:  
doc. Ing. Vlastimil Matějka, Ph.D., Ostrava-Poruba,  
CZ  
Bc. Jaroslav Lang, Brandýs nad Labem, CZ  
Ing. Lucie Neuwirthová, Ph.D., Havířov- Město,  
CZ  
Ing. Petr Kosák, Hradec Králové, CZ

(54) Název přihlášky vynálezu:  
**Způsob přípravy perleťového pigmentu na  
bázi grafit/TiO<sub>2</sub>**

(57) Anotace:  
Je popsán způsob přípravy kompozitního práškového pigmentu na bázi grafitu pokrytého vrstvou oxidu titaničitého připraveného z titanylsulfátu, který při vhodně provedeném způsobu tepelné úpravy vykazuje rozličnou škálu barevného zabarvení, volbou vhodné velikosti částic grafitu pak může vykazovat vysoký metalický lesk. Navíc bylo zjištěno, že připravený produkt je také elektricky vodivý, což značně rozšiřuje jeho možné využití oproti klasickým perleťovým pigmentům.

CZ 2013 - 793 A3

## **Způsob přípravy perleťového pigmentu na bázi grafit/TiO<sub>2</sub>**

### Oblast techniky

Vynález se týká způsobu přípravy kompozitního práškového materiálu – pigmentu na bázi grafit/TiO<sub>2</sub>, který vykazuje různě barevné perleťové odstíny.

### Dosavadní stav techniky

Perleťové pigmenty vykazující metalický lesk jsou poměrně často využívány pro efektní vzhled povrchů opatřených nátěry s obsahem těchto pigmentů. Příkladem mohou být karoserie automobilů opatřených tzv. „metalízou“. Perleťový vzhled nátěru je dán tvarem částic pigmentu, přičemž částice plochého tvaru jsou pro tyto účely nejvhodnější. Většinou je tento metalický efekt dosažen pigmenty na bázi kovů (jedná se o práškový hliník, zinek, práškovou měď, různé typy bronzů apod.). Další skupinou jsou pigmenty kompozitního charakteru, kdy povrch plochých částic je opatřen tenkou vrstvou kovu, oxidů kovů, organických sloučenin apod. Jsou popsány v Maile et al., Effect pigments—past, present and future, Review Progress in Organic Coatings 54 (2005) 150–163. Do této skupiny patří i například pigmenty na bázi minerálů ze skupiny slíd, jejichž částice jsou pokryty např. částicemi či vrstvou oxidů železa, přičemž výsledný pigment může v závislosti na teplotě zpracování vykazovat perleťově lesklé zabarvení vykazující rozmanitou barevnou škálu (zlatitý, měděný, červený vzhled). Částice minerálů ze skupiny slíd mohou být dále například pokryty vrstvou TiO<sub>2</sub>, tyto částice následně vykazují vysoký bělostný lesk, je-li TiO<sub>2</sub> dopován kovy, může výsledný pigment poskytnout perleťový efekt postihující širokou škálu barevnosti, což je popsáno ve Štengl et al., Dyes and Pigments 58 (2003) 239-244. Perleťové pigmenty typu „slída“/TiO<sub>2</sub>, u nichž je TiO<sub>2</sub> dopován kovy, například antimonem, mohou být také elektricky vodivé. Jsou popsány v Tan et al., Dyes and Pigments 62 (2004) 107–114. Pigmenty na bázi mikromletého grafitu, či lesklého uhlíku poskytují černé zabarvení a kromě dobré kryvosti poskytují další benefit v podobě elektrické vodivosti, což je popsáno v Hauptman et al., Dyes and Pigments 95 (2012) 1-7.

Nejblíže stavu techniky je pravděpodobně dokument JPS 5817171, který sice také popisuje přípravu pigmentů na bázi grafit/TiO<sub>2</sub>, avšak na rozdíl od předkládaného řešení, které při

přípravě vychází z průmyslového poloproduktu – titanylsulfátu, vychází JPS 5817171 z organických titanátů, tj. celý postup přípravy je již od počátku odlišný.

#### Podstata vynálezu

Příprava perleťového pigmentu podle vynálezu vychází z poloproduktu vznikajícího při výrobě titanové běloby sulfátovým způsobem, tedy z titanylsulfátu, obvykle o koncentraci 80 až 120 g/l. Titanyl sulfát v přítomnosti grafitu za tepla hydrolyzuje, přičemž reakcí vznikající  $\text{TiO}_2$  je deponován na povrchu částic grafitu. Po separaci tuhého podílu, tedy kompozitu grafit/ $\text{TiO}_2$ , a jeho vysušení se získají částice, které vykazují různé zabarvení závislé na obsahu  $\text{TiO}_2$ . Tyto částice také mohou vykazovat vysoký lesk, jestliže se pro přípravu vybere grafit s dostatečně velikými částicemi. Jako vhodná se jeví velikost od 50 do 300 mikrometrů. Získá se tedy zbarvený práškový materiál, který lze považovat za perleťový pigment. Zbarvení částic kompozitu grafit/ $\text{TiO}_2$  lze navíc ladit pomocí následného tepelného zpracování. Kalcinací při různých teplotách vznikají kompozity se zbarvením od fialové až po zbarvení podobné mědi.

Výhodou řešení podle vynálezu je poměrně jednoduchá metoda přípravy barevného práškového pigmentu, jehož zajímavou vlastností není jen jeho zbarvení, ale navíc je vzniklý materiál elektricky vodivý.

#### Objasnění výkresů

Na obrázku 1 je snímek z mikroskopu SEM ilustrující vzhled částic vstupního grafitu.

Na obrázku 2 je snímek z mikroskopu SEM ilustrující vzhled částic grafitu pokrytých vrstvou  $\text{TiO}_2$ .

#### Příklady uskutečnění vynálezu

##### **Příklad 1**

150 g grafitu o střední velikost částic 150 mikrometrů se smíchá se 100 ml titanylsulfátu o koncentraci 100 g/l. Vzniklá suspenze se následně promíchává pomocí elektromagnetické míchačky s ohřevem. V následujícím kroku se suspenze zahřeje na teplotu 90 až 100 °C. K ohřáté suspenzi se poté postupně přidává voda v celkovém množství 1000 ml. Vodou zředěná suspenze se poté za stálého míchání 1h ohřívá při teplotě 90 až 100 °C. Poté se suspenze ponechá volně chladnout, tuhý podíl se následně separuje pomocí filtrace. Filtrační

koláč se následně suší při 100 °C. Získaný práškový materiál vykazuje měděné zabarvení s vysokým leskem.

### **Příklad 2**

100 g grafitu o střední velikost částic 200 mikrometrů se smíchá se 100 ml titanylsulfátu o koncentraci 80 g/l. Vzniklá suspenze se následně promíchává pomocí elektromagnetické míchačky s ohřevem. V následujícím kroku se suspenze zahřeje na teplotu 90 až 100 °C. K ohřáté suspenzi se poté postupně přidává voda v celkovém množství 600 ml. Vodou zředěná suspenze se poté za stálého míchání 1h ohřívá při teplotě 90 až 100 °C. Poté se suspenze ponechá volně chladnout, tuhý podíl se následně separuje pomocí filtrace. Filtrační koláč se následně suší při 100 °C. Vzniklý produkt se poté podrobí kalcinaci při teplotě 500 °C. Získaný práškový materiál vykazuje měděné zabarvení s nádechem do fialova a rovněž se vyznačuje vysokým leskem.

### **Příklad 3**

200 g grafitu o střední velikost částic 100 mikrometrů se smíchá se 100 ml titanylsulfátu o koncentraci 120 g/l. Vzniklá suspenze se následně promíchává pomocí elektromagnetické míchačky s ohřevem. V následujícím kroku se suspenze zahřeje na teplotu 90 až 100 °C. K ohřáté suspenzi se poté postupně přidává voda v celkovém množství 1400 ml. Vodou zředěná suspenze se poté za stálého míchání 1h ohřívá při teplotě 90 až 100 °C. Poté se suspenze ponechá volně chladnout, tuhý podíl se následně separuje pomocí filtrace. Filtrační koláč se následně suší při 100 °C. Vzniklý produkt se poté podrobí kalcinaci při teplotě 600 °C. Získaný práškový materiál vykazuje inkoustově modré zabarvení a vyznačuje se rovněž vysokým leskem.

### **Průmyslová využitelnost**

Způsob podle vynálezu lze využít k přípravě kompozitních pigmentů grafit/TiO<sub>2</sub>, které lze použít jako barevné příměsi do nátěrových hmot, laků, inkoustů, dále jako plnivo do plastů, stavebních hmot apod. Vzhledem k elektrické vodivosti výsledného kompozitního pigmentu, nachází uplatnění také v oblasti elektrotechniky, výroby senzorů apod.

5.184.422 D26 74 2013-793

## PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob přípravy perleťového pigmentu na bázi grafit/ $\text{TiO}_2$ , **vyznačující se tím, že** se smíchá grafit o střední velikosti částic 50 až 300 mikrometrů s roztokem titanylsulfátu o koncentraci 80 až 120 g/l, vzniklá suspenze se za míchání zahřeje na teplotu v rozmezí od 90 °C do ~~bodu~~ <sup>#1</sup> varu, poté se zředí vodou a zahřívá 0,5 až 1,5 <sup>#1</sup> ~~hodiny~~ <sup>teploty</sup> při teplotě v rozmezí od 90 °C do ~~bodu~~ <sup>#1</sup> varu a následně se reakční směs ponechá zchladnout, načež se tuhý podíl separuje a vysuší.
2. Způsob přípravy perleťového pigmentu na bázi grafit/ $\text{TiO}_2$  podle nároku 1, **vyznačující se tím, že** se separovaný tuhý podíl podrobí kalcinaci.
3. Způsob přípravy perleťového pigmentu na bázi grafit/ $\text{TiO}_2$  podle nároku 2, **vyznačující se tím, že** kalcinace probíhá při teplotách 450 až 750 °C.

E 184 422

P22

1/1

18-10-13

PU 2013-793



Obr. 1



Obr. 2

Lo. 3.214