



Patent dodatkowy
do patentu: _____

Zgłoszono: 03. III. 1966 (P 113 287)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 8. III. 1968

Kl. 22 f, 10 3/00

MKP C 09 c, 3/00

UKD

Współtwórcy wynalazku: Józef Tokarzewski, Konrad Wroński, Andrzej Statkiewicz

Właściciel patentu: Chemiczna Spółdzielnia Pracy „Permedia”, Lublin
(Polska)

Sposób wytwarzania pigmentów emalierskich

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania pigmentów emalierskich, zwłaszcza wieloskładnikowych pigmentów o wysokiej jakości z tlenków metali ciężkich, w szczególności tlenków żelaza, chromu, kobaltu, niklu, glinu, cynku lub mieszanin tych tlenków.

Znane dotychczas sposoby wytwarzania nieorganicznych pigmentów emalierskich polegają na zmieszaniu soli metali, lub tlenków wyjściowych, wstępnym podgrzaniu surowców, a następnie wyprażeniu suchych mieszanin w temperaturze rzędu 1000°C, a zwłaszcza 900°—1300°C. Temperaturę prażenia dobiera się przy tym zależnie od surowców i wymagań stawianych produktom końcowym (spiekom). Wyprażony produkt poddaje się następnie subtelnemu rozdrobnieniu, do granulacji nie większej niż 10 μ , otrzymując w wyniku gotowy pigment.

Konieczność tak subtelnego rozdrabniania spieków powoduje duże trudności technologiczne w uzyskaniu właściwego produktu końcowego, w szczególności wymaga stosowania długich przemiałów i młynów o dużych gabarytach, w następstwie czego i dużych nakładów energetycznych. O ile w przypadku wytwarzania pigmentów z uwodnionych soli trudności te nie uwydatniają się w dużym stopniu, o tyle w przypadku stosowania jako surowców tlenków metali, proces przemiału jest szczególnie uciążliwy. W tym ostatnim przypadku masa poddawana prażeniu tworzy pro-

2

dukt o dużej twardości i nieporowatej strukturze. Jest to wynikiem zapewne faktu, że masa nie zawiera surowców, które w trakcie procesu prażenia tracą wodę krystalizacyjną (jak to ma miejsce w przypadku soli), która ulegając przemianie do stanu gazowego tworzy w masie pory.

Celem wynalazku było zatem znalezienie sposobu, który umożliwiałby wytwarzanie pigmentów z tlenków metali, jako surowców tańszych od soli, eliminującego jednocześnie opisane wyżej trudności występujące przy rozdrabnianiu i mieleniu wyprażonej masy.

Cel ten spełnia sposób według wynalazku, według którego do tlenków lub mieszaniny tlenków metali, wprowadza się siarczan amonowy w ilości 0,5—3% wagowych w postaci roztworu wodnego. Siarczan amonowy dodawany jest do surowców podczas mielenia na mokro w młynie kulowym. Po zmieleniu i jednocześnie dokładnym wymieszaniu surowców masa reakcyjna o konsystencji gęstego syropu suszona jest w temperaturze 150°C.

Podczas suszenia następuje krystalizacja siarczanu amonowego równomiernie rozprowadzonego w całej masie reakcyjnej.

Wysuszoną mieszaninę wypraża się w temperaturze 900°—1300°C, w wyniku czego otrzymuje się pigmenty emalierskie o różnym zakresie barw zależnym od składu mieszaniny tlenków i temperatury ich wyprażania. Podczas prażenia następuje rozkład siarczanu amonowego powodujący spulch-

nienie masy reakcyjnej, przez co zapobiega się powstawaniu twardych spieków utrudniających mielenie i pozwala na otrzymanie pigmentu o rozdrobnieniu 3—5 mikronów, w czasie kilkakrotnie krótszym od czasu potrzebnego na uzyskanie podobnego rozdrobnienia pigmentu wyprodukowanego bez zastosowania wynalazku.

Sposób według wynalazku stosować można w szczególności w przypadku wytwarzania pigmentów z takich tlenków jak Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , Co_2O_3 , Al_2O_3 , ZnO lub ich dowolnych mieszanin dobieranych zależnie od tego jakim barwom mają odpowiadać produkty końcowe.

Wyprażony pigment poddaje się mieleniu na mokro w młynach kulowych, płucze się od rozpuszczalnych soli, suszy i otrzymuje gotowy pigment.

Przykład I. Pigment czarny. Do mieszaniny tlenków (Fe_2O_3 — 42,5% wagowych, Cr_2O_3 — 42,5% wagowych, Co_2O_3 — 15% wagowych) wprowadzono dodatek siarczanu amonowego w ilości 2% wagowych w postaci roztworu wodnego. Po zmieleniu mieszaniny na mokro w młynie kulowym i wysuszeniu w temperaturze 150°C , wypalono ją w temperaturze 1250°C w czasie 150 minut. Otrzymaną gąbczastą masę zmielono w młynie kulowym, na mokro, w czasie 50 godzin, przemyto do nieobecności soli chromu, a następnie wysuszono w temperaturze 150°C . Otrzymano czarny pigment o rozdrobnieniu 3—5 mikronów.

Przykład II. Pigment niebieski. Do mieszaniny tlenków (Cr_2O_3 — 30% wagowych, Co_2O_3 — 28% wagowych, Al_2O_3 — 42% wagowych; tlenek glinu brany jest w postaci $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ w odpowiednio większej ilości) dodano 2,5% wagowych siarczanu amonowego w postaci roztworu wodnego.

Po zmieleniu mieszaniny na mokro w młynie kulowym i wysuszeniu w temperaturze 150°C mieszaninę poddano prażeniu w temperaturze 1300°C w czasie 180 minut.

Otrzymaną gąbczastą masę zmielono na mokro w młynie kulowym, przemyto do nieobecności soli chromu, następnie wysuszono w temperaturze 150°C . Otrzymano pigment niebieski o rozdrobnieniu 3—5 mikronów.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania pigmentów emalierskich z tlenków metali lub ich mieszanin, przez ich dokładne zmieszanie, zmielenie i wysuszenie a następnie wyprażenie w temperaturze 900°C — 1300°C i ponowne zmielenie, **znamienny tym**, że do tlenków metali lub ich mieszanin przed ich wstępnym zmieszaniem i zmieleniem wprowadza się siarczan amonowy w ilości 0,5—3% wagowych w postaci roztworu wodnego.