

2

**POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA**



**URZĄD  
PATENTOWY  
PRL**

# OPIS PATENTOWY

**55419**

Patent dodatkowy  
do patentu: \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 10. VIII. 1966 (P 116 047)

Pierwszeństwo: 23. XII. 1965 Niemiecka  
Republika  
Demokratyczna

Opublikowano: 28. VI. 1968

Kl. 22 f, 1/24

MKP C 09 c 1/24

BIBLIOTEKA

UKD Urząd Patentowy  
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

**Współtwórcy wynalazku:** dr Heinz Magdanz, Irmgard Hering, dr Karl  
Berger, inż. Wolfgang Hartmann

**Właściciel patentu:** Institut für Lacke und Farben, Magdeburg (Niemiecka  
Republika Demokratyczna)

## Sposób wytwarzania drobno zdyspergowanej czerwieni żelazowej

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania drobno zdyspergowanej czerwieni żelazowej o wysokiej czystości odcienia barwy, na drodze prażenia uwodnionych tlenków żelazowych wytworzonych na mokro drogą chemiczną.

W znanym sposobie wytwarzania czerwieni żelazowej uwodnione tlenki żelazowe uzyskane sposobem chemicznym na mokro oddziela się przez sączenie z zawiesiny reakcyjnej, a następnie suszy. Całkowitą przemianę uwodnionego tlenku żelazowego na tlenek żelazowy i silne pogłębienie odcienia barwy związków składających się na czerwień żelazową, uzyskuje się przez prażenie wysuszonego produktu w temperaturach powyżej 700°C.

Jakość czerwieni żelazowej z punktu widzenia jej zastosowania do wytwarzania farb malarskich, zależy od stopnia jej rozdrobnienia. Często jest również pożądana określona postać cząsteczek pigmentu. Na wielkość cząstek pigmentu, jego powierzchnię właściwą i postać ziarna mają wpływ warunki procesu prażenia. W stosowanej w technice temperaturze prażenia powyżej 700°C obserwuje się zachodzące w znacznej mierze procesy spiekania, wywoływane znaną przyczepnością suchej czerwieni żelazowej i jej skłonnością do aglomeracji.

Jako skutek tego występuje zwiększenie wielkości ziarna oraz zmiana pierwotnej postaci ziarna. W temperaturze około 1000°C i/lub w silnie redukującej atmosferze prażalniczej istnieje możliwość przekształcenia się  $Fe_2O_3$  w  $Fe_3O_4$ . Zarówno znacz-

2

ne zwiększenie wielkości ziarna jak również chemiczne przekształcenie  $Fe_2O_3$  w  $Fe_3O_4$  powodują w znacznej mierze zmianę odcienia pigmentu z czerwonego na fioletowy.

5 Przyczyną tych niekorzystnych zjawisk jest również to, że przebieg znanego procesu wyprażania jest trudny do kontrolowania i często zdarza się, że poszczególne cząstki czerwieni żelazowej są ogrzewane nierównomiernie, toteż otrzymuje się 10 niejednorodny produkt.

Wiadomo, że niepożądane powiększenie ziarna 15 występujące wskutek spiekania można usunąć drogą mielenia i sortowania. Dla zniszczenia utworzonych aglomeratów potrzebny jest jednak znaczny nakład pracy. Ponadto mielenie lub sortowanie 20 powietrzne tylko w ograniczonym stopniu poprawia niekorzystny odcień barwy czerwieni żelazowej.

Próbowano również usunąć te braki w ten sposób, że surowe pigmenty zawieszone w stopie, 25 poddawano obróbce cieplnej. Sposób ten jest kosztowny i technicznie trudny do przeprowadzenia.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie wymienionych niedogodności i uzyskanie czerwieni żelazowej o niezmiennej, użytecznej jakości bez znacz- 30 nych nakładów technicznych i ekonomicznych.

Zadaniem wynalazku jest stworzenie sposobu, w którym drogą prostych zabiegów w etapie przed prażeniem można uzyskać produkty o dobrych, z góry określonych własnościach.

Według wynalazku osiąga się to w ten sposób, że po wytworzeniu uwodnionych tlenków żelazowych wytrąca się w zawieszynie reakcyjnej na ziarnach pigmentu krzemian, po czym uzyskany produkt przerabia się dalej w zwykły sposób. Wytrącanie krzemianu odbywa się w ten sposób, że do uwodnionego tlenku żelazowego, znajdującego się w zawieszynie, dodaje się mieszając rozpuszczalnego w wodzie krzemianu, po czym przez dodanie środka strącającego powoduje się powle-

czenie krzemianem powierzchni cząstek tlenku żelaza. Szczególnie korzystne wyniki uzyskuje się, jeżeli do zawiesiny przy intensywnym mieszaniu najpierw dodaje się środka strącającego, a następnie rozpuszczalnego w wodzie krzemianu, po czym należy mieszać zawiesinę jeszcze w ciągu około 1 godziny. Stężenie substancji stałej, składającej się z uwodnionego tlenku żelazowego w zawieszynie, może wynosić 50—300 gramów na litr. Korzystnie stosuje się stężenie substancji stałej około 100 g na litr. Prażenie uwodnionych tlenków żelaza, które poddano obróbce sposobem według wynalazku, prowadzi się w zwykły sposób, ponieważ obecność krzemianu tylko w nieznacznym stopniu wpływa na dehydratację.

Jako rozpuszczalny w wodzie krzemian można stosować na przykład szkło wodne, sodowe i/lub potasowe, przy czym odpowiednie jest szkło wodne techniczne. Użyta ilość wynosi od 0,1 do 10% wagowych  $\text{SiO}_2$ , korzystnie 3% wagowych  $\text{SiO}_2$ , w odniesieniu do suchego pigmentu. Korzystnie jest stosować krzemian w postaci wodnych roztworów.

Jako środki strącające stosuje się bezbarwne sole dwu- i trójwartościowych kationów, tworzących z kwasem krzemowym trudno rozpuszczalne bezbarwne krzemiany, na przykład sole magnezowe, wapniowe, cynkowe, a korzystnie glinowe. Ilość środków strącających winna być mniejsza, niż ilość krzemianów; stosunek molowy ilości środków strącających do ilości krzemianów wynosi 0,05 do 0,5, korzystnie 0,1. Środek strącający można dodawać do zawiesiny reakcyjnej w postaci stałej soli lub wodnego roztworu.

Krzemiany wytrąca się w temperaturze 20—80°C, przy czym temperatura ta nie ma znaczącego wpływu na żądany wynik końcowy.

Uzyskany sposobem według wynalazku pigment jest czystszy i jaśniejszy w odcieniu barwy od czerwieni żelazowej, wytworzonej znanymi sposobami. Szczególną zaletę stanowi zmniejszenie przyczepności suchych pigmentów i skłonności do aglomeracji. Są one bardziej sypkie niż znane pigmenty nie zawierające krzemianów, co ma istotne znaczenie przy przesiewaniu, transportowaniu i składowaniu. Zwiększanie cząstek w procesie prażenia ulega zahamowaniu przez wytrącony krzemian, toteż procesy mielenia lub sortowania, które należy przeprowadzić po procesie prażenia, wymagają mniejszego nakładu kosztów i pracy.

#### Tablica

Zmniejszenie powierzchni właściwej czerwieni żelazowej wskutek zwiększenia ziarna po 1 godzinnym prażeniu na powietrzu.

#### Powierzchnia właściwa ( $\text{m}^2/\text{g}$ )

|                        | 110°C | 700°C | 900°C |
|------------------------|-------|-------|-------|
| pigment bez krzemianów | 25    | 12    | 1,3   |
| pigment z krzemianami  | 40    | 36    | 11    |

Pigment, na który podziałano krzemianami daje się dobrze dyspergować w spoiwach.

Jeżeli przez przesiewanie zostaną usunięte stosunkowo niewielkie ilości ziarn większych, można pigmenty bez kosztownego ucierania zdyspergować, na przykład w mieszalniku tarczowym w ciągu kilku minut do wielkości ziarna wynoszącego 5 milimikronów.

Przykład I. 500 g uwodnionego tlenku żelazowego znajdującego się w postaci zawiesiny w 5 litrach cieczy miesza się energicznie, po czym dodaje 60 g roztworu szkła wodnego o gęstości od 37 do 40°Bé i zawartości  $\text{SiO}_2$  około 25%. Szkło dodaje się sposobem ciągłym w ciągu 15 minut. W czasie dodawania krzemianu oraz po tym należy stale mieszać. Po upływie 15 minut od ukończenia dodawania roztworu szkła wodnego dodaje się siarczan glinu jako środek strącający, w postaci 5%-owego roztworu wodnego. Ilość dodanego bezwodnego siarczana glinu wynosi 10 g. Dodawanie środka strącającego odbywa się również sposobem ciągłym w ciągu około 30 minut przy stałym mieszaniu. Po ukończonym dodawaniu środka strącającego miesza się zawiesinę jeszcze w ciągu 1 godziny, po czym poddaje się pigment dalszej obróbce w zwykły sposób.

Przykład II. Odpowiada przykładowi I z tą zmianą, że dodawanie odczynników powodujących nakładanie krzemianów na tlenki żelazowe przeprowadza się w odwrotnej kolejności.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania drobno zdyspergowanej czerwieni żelazowej na drodze prażenia uwodnionego tlenku żelazowego wytworzonego chemicznie na mokro, **znamienny tym**, że na uwodnionym tlenku żelazowym wytrąca się krzemian przez wprowadzenie do zawiesiny tlenku żelazowego rozpuszczalnego w wodzie krzemianu, a następnie środka strącającego, po czym poddany obróbce powierzchniowej uwodniony tlenek żelazowy poddaje się procesowi suszenia i prażenia.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do zawiesiny uwodnionego tlenku żelazowego dodaje się najpierw środek strącający, a następnie rozpuszczalny w wodzie krzemian.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, **znamienny tym**, że jako środek strącający stosuje się sól glinową, a jako rozpuszczalny w wodzie krzemian techniczne szkło wodne.
4. Sposób według zastrz. 1—3, **znamienny tym**, że do zawiesiny dodaje się środek strącający w postaci stałej soli lub roztworu wodnego.