



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

207 046

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 12 11 79
(21) PV 7698-79

(51) Int. Cl.³ C 09 C 1/36

(40) Zveřejněno 15 09 80
(45) Vydáno 01 11 83

(75)
Autor vynálezu HALAMOVÁ KVĚTOSLAVA, NEDOROST MIROSLAV dr. ing., PŘEROV
PÁLFFY ALEXANDER ing., VOZOKANY a SLÁDEČEK LINHART, KOKORY

(54) Způsob výroby perleťových pigmentů

1

Vynález se týká způsobu přípravy perleťových pigmentů s povlakem kysličníku titaničitého na šupinkách slídy z technického titanylsulfátového roztoku se zvýšeným obsahem železa.

Způsob výroby perleťových pigmentů na bázi kysličníku titaničitého je popsán v PV 2991-79 a zahraničních patentech US 3 087 828, US 3 437 515, US 3 874 890, DP 1 959 998, DP 2 009 566, DP 1 467 468. Při těchto způsobech výroby perleťových pigmentů se vychází z čistých titaničitých solí kyseliny sírové a chlorovodíkové.

Podstatně jednodušší a ekonomicky výhodnější je příprava perleťových pigmentů z technického titanylsulfátového roztoku vyrobeného z ilmenitu a používaného pro výrobu titanové běloby.

Nejvhodnějším pro použití je roztok po krystalizaci zelené skalice, který obsahuje přibližně 160 g/l kysličníku titaničitého, 60 g/l železa a 420 g/l kyseliny sírové. Roztok se upravuje před hydrolýzou na požadovanou koncentraci.

Tento způsob přípravy perleťových pigmentů nebyl zatím patentován. Jen v US patentu 3 087 828 je uveden jeden příklad přípravy stříbrného perleťového pigmentu z titanylsulfátového roztoku se zvýšeným obsahem železa. Obdržený stříbrný pigment byl žlutě zbarvený a nebyl kvalitní.

Na základě experimentálních zkoušek bylo prokázáno, že zvýšený obsah železa v tita-

207 048

nylsulfátovém roztoku do značné míry ovlivňuje průběh hydrolýzy (hydrolytický proces se urychluje, vyloučený gel TiO_2 se sráží mimo slídu), čímž se snižují perleťové vlastnosti připravovaného pigmentu. Hydratovaný gel kysličníku titaničitého obsahuje i po důkladném promytí zvýšený obsah železa nad 0,01 %, což ovlivňuje do značné míry čistotu barevného odstínu.

Příprava perleťových pigmentů z titanylsulfátového roztoku z výroby titanové běloby vyžaduje speciální úpravu technologického postupu, která spočívá jednak v chemické úpravě titanylsulfátového roztoku před hydrolýzou, t.j. zajištění dostatečného redukčního prostředí, optimální acidity kyseliny sírové a koncentrace kysličníku titaničitého. Mimo uvedenou úpravu titanylsulfátového roztoku je třeba ještě zajistit dokonalou stabilitu krystalické mřížky kysličníku titaničitého během kalcinace perleťového pigmentu přísadami kysličníku antimonitého a kysličníku fosforečného. Mřížka kysličníku titaničitého je částečně deformována přítomností železa i jiných barevných prvků - chromu, vanadu, olova, mědi, manganu, sorbovaných na povrchu gelu kysličníku titaničitého ve stopových množstvích i po jeho důkladném promytí.

Postup podle vynálezu je charakterizován tím, že se titanylsulfátový roztok před hydrolýzou upraví tak, aby obsahoval 2 až 5 g trojmocného titanu /l počítáno jako kysličník titaničitý, výhodně 3,5 g trojmocného titanu/l, koncentrace kysličníku titaničitého se má pohybovat v rozmezí 100 až 140 g/l, výhodně 120 g/l, kysličník fosforečný a antimonitý se přidávají společně nebo kysličník antimonitý samostatně v množství 0,5 až 3 %, výhodně 1 % na obsah kysličníku titaničitého, buď do titanylsulfátového roztoku před hydrolýzou, nebo v konečné fázi hydrolýzy, nebo až do promytého perleťového pigmentu po hydrolýze. Kysličník fosforečný se přidává ve formě fosforečných sloučenin (kyselina fosforečná, fosforečnan amonný nebo fosforečnany alkalických kovů).

Postup podle vynálezu je poměrně jednoduchý a spočívá v úpravě titanylsulfátových roztoků z výroby titanové běloby po krystalizaci zelené skalice a v dávkování specifických přísad při běžně prováděných operacích.

Pokrok dosažený vynálezem je v tom, že se pro výrobu perleťového pigmentu používá titanylsulfátový roztok z výroby titanové běloby místo čistých titaničitých solí, jejichž příprava je značně nákladná. Tímto postupem připravené stříbrné a zlaté perleťové pigmenty s obsahem 18 až 30 % kysličníku titaničitého jsou velmi kvalitní a lze je vyrábět v různých odstínech.

Pro objasnění pracovního postupu jsou uvedeny příklady.

Příklad 1

120 g slídy o měrném povrchu $3,2 \text{ m}^2/\text{g}$ se rozplaví v 175 ml technického titanylsulfátového roztoku o koncentraci 160 g/l kysličníku titaničitého, faktoru acidity 1,8 a obsahu trojmocného titanu 3,5 g/l kysličníku titaničitého a přidá se zvolna 58 ml 1% kyseliny sírové. Suspenze se zahřeje k varu a za míchání se udržuje ve varu 120 minut. Nato se zfiltruje, promyje destilovanou vodou, vysuší při 110°C a kalcinuje se 30 minut při teplotě 900°C . Obdržený perleťový pigment obsahuje 81 % slídy a 19 % kysličníku titaničitého. Interferuje v odraženém světle stříbrnou barvu.

Příklad 2

62 g slídy o měrném povrchu $3,2 \text{ m}^2/\text{g}$ se rozplaví v 160 ml technického titanylsulfátového roztoku o koncentraci 160 g/l kysličníku titaničitého, faktoru acidity 1,8 a obsahu trojmocného titanu 3,5 g/l kysličníku titaničitého a přidá se pozvolna 89 ml 1% kyseliny sírové. Další postup stejný jako u příkladu 1.

Obdržený perleťový pigment obsahuje 70 % slídy a 30 % kysličníku titaničitého. Interferuje v odraženém světle zlatou barvu.

Příklad 3

Postup podle příkladu 2. Zfiltrovaný a promytý perleťový pigment se rozplaví v 500 ml destilované vody, přidá se 42 ml roztoku heptahydrátu síranu železnatého o koncentraci 300 g/l a během 10 minut se za stálého míchání upraví pH na hodnotu 8 přidávkem 20% roztoku amoniaku. Pak následuje prodleva 30 minut za míchání, nato se suspenze uvede do varu. Vzorek se zfiltruje, promyje, vysuší při 110°C a kalcinuje se 30 minut při teplotě 900°C . Obdržený perleťový pigment obsahuje 66 % slídy, 30 % kysličníku titaničitého a 4 % kysličníku železitého. Interferuje v odraženém světle sytě zlatou barvu.

Příklad 4

Postup podle příkladu 1. Po naředění titanylsulfátového roztoku 1% kyselinou sírovou přidá se k roztoku 0,28 g kysličníku antimonitého a 0,28 g kysličníku fosforečného ve formě kyseliny fosforečné. Další postup podle příkladu 1.

Obdržený perleťový pigment interferuje v odraženém světle stříbrnou barvu s namodralým odstínem a vysokým leskem.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby perleťových pigmentů s povlakem kysličníku titaničitého na přírodních nebo syntetických látkách, zejména šupinkách slídy hydrolýzou solí čtyřmocného titanu vyznačující se tím, že se vychází z technického titanylsulfátu pro výrobu titanové běloby, obsahujícího až 5 g/l trojmocného titanu jako kysličník titaničitý, výhodně 3,5 g/l trojmocného titanu, s faktorem acidity 1,6 až 1,9, výhodně 1,8, o koncentraci kysličníku 100 až 140 g/l, výhodně 120 g/l.
2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že titanylsulfátový roztok se upraví přidávkem 0,5 až 3 % kysličníku antimonitého, výhodně 1 % a 0,5 až 3 % kysličníku fosforečného, výhodně 1 %, vztaženo na obsah kysličníku titaničitého v perleťovém pigmentu.