

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

304 584

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

C09C 1/36 (2006.01)
C09C 3/06 (2006.01)
C09C 1/44 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2013-793**
(22) Přihlášeno: **15.10.2013**
(40) Zveřejněno: **16.07.2014**
(Věstník č. 29/2014)
(47) Uděleno: **04.06.2014**
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **16.07.2014**
(Věstník č. 29/2014)

(56) Relevantní dokumenty:
K. Těšitelová: „Anorganické pigmenty ve farmacii“, bakalářská práce, Univerzita Pardubice, Fakulta chemicko-technologická, 2012, str. 20 až 21.
GB 974 874 A; JP H 08 259 841 A; JP S 5 817 171 A; GB 1 279 672 B.

(73) Majitel patentu:
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 vynálezu:
Způsob přípravy perleťového pigmentu na bázi grafit/TiO₂

(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 304584 B6

Způsob přípravy perleťového pigmentu na bázi grafit/TiO₂

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu přípravy kompozitního práškového materiálu – pigmentu na bázi grafit/TiO₂, 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 pigment – past, present and future, Review Progress in Organic Coating 54 (2005) 150–163. Do této skupiny patří i například pigmenty na bázi minerálů ze skupiny slíd, jejich 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 TiO₂, tyto částice následně vykazují vysoký bělostný lesk, je-li TiO₂ dopován kovy, může výsledný pigment poskytnout perleťový efekt postihující širokou škálou barevnosti, což je popsáno ve Štengl et al., Dyes and Pigments 58 (2003) 239–244. Perleťové pigmenty typu „slída“/TiO₂, u nichž je TiO₂ 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/TiO₂, 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 TiO₂ je depozován na povrchu částic grafitu. Po separaci tuhého podílu, tedy kompozitu grafit/TiO₂, a jeho vysušení se získají částice, které vykazují různé zabarvení závislé na obsahu TiO₂. 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/TiO₂ 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 výkresu

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 TiO_2 .

Příklady uskutečnění vynálezu

Příklad 1

150 g grafitu o střední velikosti 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 1 h 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 velikosti 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 1 h 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 velikosti 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 1 h 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 použít k přípravě kompozitních pigmentů grafit/ TiO_2 , které lze použít jako barevní 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, výrobě senzorů apod.

PATENTOVÉ NÁROKY

- 5 1. Způsob přípravy perleťového pigmentu na bázi grafit/ TiO_2 , **v y z n a č u j í c í s e t í m**,
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 teploty varu, poté se zředí vodou a zahřívá 0,5 až 1,5 hodiny při teplotě v rozmezí od
10 90 °C do teploty varu a následně se reakční směs ponechá zchladnout, načež se tuhý podíl sepa-
ruje a vysuší.
2. Způsob přípravy perleťového pigmentu na bázi grafit/ TiO_2 podle nároku 1, **v y z n a č u j í -**
c í s e t í m, že se separovaný tuhý podíl podrobí kalcinaci.
- 15 3. Způsob přípravy perleťového pigmentu na bázi grafit/ TiO_2 podle nároku 2, **v y z n a č u j í -**
c í s e t í m, že kalcinace probíhá při teplotách 450 až 750 °C.

20

1 výkres



Obr. 1



Obr. 2

Konec dokumentu
