

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

83 868

Patent dodatkowy
do patentu _____

MKP C09c 1/22

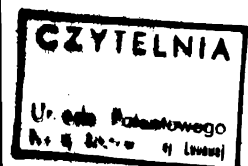
Zgłoszono: 05.05.73 (P. 162365)

Pierwszeństwo: _____

Int. Cl.² C09C 1/22

Zgłoszenie ogłoszono: 02.05.74

Opis patentowy opublikowano: 31.05.1977



Twórcy wynalazku: Ludwik Chromy, Aleksander Tarnawski, Elżbieta Kamińska .

Uprawniony z patentu: Instytut Badawczo-Projektowy Przemysłu Farb i Lakierów,
Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania żółcieni żelazowej

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania żółcieni żelazowej stosowanej do pigmentowania wyrobów lakierowych.

Żółcień żelazową otrzymuje się z żelaza metalicznego, o obecności zarodników, w roztworze siarczanu żelazowego metodami znanymi z opisów patentowych W. Bryt. nr 899882, St. Zjed. Ameryki nr nr 368748, 2 111 727, RFN nr nr 902163, 906598. Z roztworu siarczanu żelazowego otrzymuje się zarodniki przez strącenie 15–30% całkowitej ilości jonów żelazowych zasadą w temperaturze poniżej 45°C i utlenieniu powietrzem.

Do zawiesiny zarodników w roztworze siarczanu żelazowego wprowadza się żelazo metaliczne, które utlenia się tlenem powietrza w temperaturze 60–80°C do żelaza trójwartościowego hydrolizującego na uwodnione tlenki żelazowe. Przechodzenie żelaza metalicznego do roztworu wywołane jest obecnością jonów wodorowych powstających na skutek hydrolizy jonów żelazowych. Jony żelazowe powstają przez utlenienie powietrzem jonów żelazowych w roztworze siarczanu żelazowego.

Sposób otrzymywania żółcieni żelazowej jest długotrwały (3–6 dób w zależności od rozwinięcia powierzchni żelaza metalicznego), utrudniony przez stosowanie jako surowca żelaza metalicznego, i nie można przy jego stosowaniu uzyskać pigmentu o bardzo jasnych odcieniach barwy.

Celem wynalazku jest opracowanie takiej metody otrzymywania żółcieni żelazowej która wykorzystywałaby odpadowy siarczan żelazawy otrzymany np. przy produkcji bieli tytanowej metodą siarczanową, skracałaby czas trwania procesu, a otrzymany pigment charakteryzowałby się szeroką gamą i czystością odcieni i wysoką siłą barwienia.

Stwierdzono, że żółcień żelazową o dobrych własnościach kolorystycznych można otrzymać stosując zamiast żelaza metalicznego siarczan żelazawy i prowadząc proces po wytworzeniu zarodników przy stałej wartości pH wynoszącej 2,8–3,8, a utrzymywanej przez stopniowe dodawanie wody amoniakalnej w miarę utleniania jonów żelazowych do żelazowych i ich hydrolizy. Czas trwania procesu wynosi 12 godz. Żółcień żelazowy według wynalazku posiada w zależności od sposobu przygotowania zarodników i stężenia roztworu roboczego, odcień barwy od bardzo jasnych do ciemnych i charakteryzuje się wysoką czystością barwy i dobrą siłą barwienia.

W sposobie otrzymywania żółcieni żelazowej według wynalazku do roztworu siarczanu żelazowego o stężeniu 100–300 g/l $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dodaje się 1–5 porcji wody amoniakalnej o stężeniu 20–27% NH_3

w temperaturze co najwyżej 25°C. Całkowita ilość wody amoniakalnej powinna być taka, aby wytrącić w postaci wodorotlenku żelazowego 15–30% wprowadzonego żelaza. Po każdorazowym dodaniu porcji wody amoniakalnej przedmucha się przez zawiesinę powietrze do całkowitego utlenienia wodorotlenku żelazowego. Po wprowadzeniu wody amoniakalnej w ilości podanej powyżej i całkowitym utlenieniu osadu zawiesinę wodorotlenku żelazowego w roztworze siarczanu żelazowego podgrzewa się do temperatury 60–80°C, przedmucha powietrze i mierzy pH zawiesiny. Gdy pH zawiesiny spadnie poniżej wartości 2,8–3,8 wprowadza się dalsze ilości wody amoniakalnej w celu utrzymania podanego przedziału wartości pH w czasie trwania procesu.

Po przeprowadzeniu całego rozpuszczalnego w roztworze żelaza w osad przerywa się proces. Osad filtruje się, przemywa i suszy w temp. 100–120°C, a następnie miele. Otrzymany pigment, żółcień żelazowa wyróżnia się jasnym odcieniem nieosiągalnym innymi metodami.

Przykład. Do 5 litrów roztworu $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ o stężeniu 200 g/l dodaje się 146 ml 10 n wody amoniakalnej i przedmucha powietrze w temperaturze poniżej 25°C. Gdy cały osad utleni się (kolor zawiesiny żółto-zielonawy) mieszaninę reakcyjną podgrzewa się do 70°C, przedmucha powietrze i mierzy pH. Po opadnięciu pH poniżej wartości 2,8 dodaje się wodę amoniakalną, aby wartość pH wzrosła do 3,6. Operację tę powtarza się aż do całkowitego wyczerpania jonów żelazowych w roztworze. Otrzymaną zawiesinę pigmentu filtruje się, przemywa, suszy i miele.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania żółcień żelazowej z roztworu siarczanu żelazowego przez utlenienie jonów żelazowych powietrzem w temperaturze 60–80°C w obecności 15–30% zarodników, i zubożanie zasadą amonową, a następnie po przejściu wszystkich jonów żelazowych w osad, odfiltrowaniu, odmyciu, wysuszeniu i zmieleniu powstałego pigmentu, z n a m i e n n y t y m, że po sporządzeniu zarodników proces wytwarzania żółcień żelazowej prowadzi się przy stałym pH wynoszącym 2,8–3,8 utrzymywanym przez stopniowe dodawanie wody amoniakalnej do roztworu siarczanu żelazowego.