

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Co9k 1/12

Nr 32394

Kl. 22 f, 15

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a/M

Sposób wytwarzania farb świecących, zawierających siarczek cynku

Zgłoszono 27 kwietnia 1942

Udzielono 24 listopada 1943

Pierwszeństwo: 15. maja 1941 (Niemcy)

Zawierające ZnS farby świecące ze względu na ich wysoką cenę miały dotychczas jedynie ściśle ograniczone pole zastosowania. Wytwarzanie czystego siarczku cynku, służącego jako materiał wyjściowy, przeprowadzano dotychczas przez wytrącanie za pomocą H_2S na skalę laboratoryjną. W celu potanienia kosztów wytwarzania proponowano już otrzymywać wykazujące luminiscencję pigmenty zawierające siarczek cynku w taki sam sposób jak litopony, z tą różnicą, że do roztworu soli cynkowej przed wytrącaniem dodaje się potrzebną ilość aktywatora i topnika. Fosforyzujący siarczek cynku, dający się użyć, nie daje się, jak wykazuje dalsze traktowanie, wytwarzać na tej drodze.

Sposób wytrącania stosowany przy litoponach tak samo mało nadaje się do uzyskiwania produktów świecących dłuższy czas po naświetleniu, jak zwykła dalsza przeróbka litoponów, mianowicie prażenie w temperaturach około $650-800^{\circ}C$ i następujące mielenie, gdyż w razie uszkodzenia ziarna, jak wiadomo, luminiscencja zanika.

Obecnie stwierdzono, iż z oczyszczonych roztworów soli cynkowych, jakie służą do wytwarzania litoponu, otrzymywać można siarczek cynku przez wytrącanie czystym roztworem siarczku potasowcowego, amonowego lub wapniowcowego, szczególnie roztworem siarczku baru, zachowując podczas wytrącania wartość p_H w gra-

nicach 0,5—5; takie siarczki cynku, przy odpowiedniej dalszej przeróbce, dają dobre światłonośne fosforyzujące siarczki cynku, zwłaszcza świeące długo po naświetleniu. Wytrącając litopony w zwykły sposób zasadowo, w ogóle w ten sposób, że do naczynia reakcyjnego wlewa się najpierw ługu siarczku baru, a następnie dodaje się roztworu soli cynkowej (Zerr i Rübenkamp, Handbuch der Farbenfabrikation, Berlin, 1922, str. 331, 332), otrzymuje się mniej wartościowe farby światłonośne o złym świeceniu po naświetleniu.

W celu przeprowadzania sposobu niniejszego postępuje się jak następuje: albo do naczynia reakcyjnego wlewa się najpierw roztworu soli cynkowej i do niego doprowadza się powoli roztworu siarczkowego albo obydwie roztwory zlewa się razem w sposób ciągły. W celu utrzymania koniecznej wartości p_H od 0,5—5 dodaje się stale nieco kwasu, najlepiej kwasu solnego, lub stosuje się roztwory siarczku o pewnej zawartości wodorosiarczku. Wytrąconą farbę surową wymywa się, przesącza i następnie miesza z odpowiadającą zawartości ZnS ilością aktywatora, np. dla długo świeących po naświetleniu lub fosforyzujących z miedzią w stosunku 1 : 10 000, i z topnikiem (chlorkami potasowców i (lub) wapniowców), po czym, zależnie od stopnia pożądanej luminiscencji, powoli ogrzewa się w ciągu jednej lub kilku godzin do temperatury od 600—1300°C. W celu uzyskania długo-trwającej fosforescencji wybrać należy zakres temperatur od 1000—1300°C. Chcąc uzyskać drobnoziarniste produkty o charakterze pigmentów prażenie można przeprowadzać w niższych temperaturach, jednakże wówczas zrezygnować trzeba z długiego świecenia po naświetleniu. Właściwości fluorescencyjne tego rodzaju farb

nadają się jednak dobrze do wielu celów.

Fosforyzujące siarczki cynku, wytworzone sposobem według wynalazku przy zastosowaniu dobrze oczyszczonego roztworu $ZnCl_2$, pod względem swych właściwości fosforyzowania odpowiadają produktom handlowym, wytworzonym przez wytrącanie za pomocą H_2S .

Przykład. 1 litr roztworu chlorku cynku (110 g Zn/I), oczyszczony przez utlenianie ługiem podchlorynowym, po następującym traktowaniu za pomocą pyłu cynkowego ogrzewa się od 70° do 80°C i nastawia na $p_H = 1$ przez dodawanie kroplami stężonego kwasu solnego. Następnie stale mieszając dodaje się kroplami roztworu siarczku barowego, aż wszystkie cynk zostanie wytrącony. W tym czasie p_H jest stale utrzymywane na wartości 1 przez dodawanie kroplami kwasu solnego. (Przez to nie wywołuje się przy dobrym mieszanii wywiązywania się siarkowodoru). Uzyskany siarczek cynku przesącza się, wymywa, miesza z roztworem soli miedzi w stosunku 1 : 10 000 i z 3% chlorku potasu i suszy. Następnie praży się przez 1 godzinę w temperaturze 1150°C w przykrytym tyglu kwarcowym. Po wymyciu topnika i wysuszeniu otrzymuje się farbę z siarczku cynku bardzo dobrze świeącą po naświetleniu.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania farb świeących, zawierających siarczek cynku, przede wszystkim fosforyzujący siarczek cynku o dobrych właściwościach świecenia po naświetleniu, znamienny tym, że ze staraniem oczyszczonego z obcych metali roztworu soli cynkowych wytrąca się siarczek cynku czystym roztworem siarczku potasowca, amonu lub wapniowca przy p_H od

0,5—5, osad miesza się w znany sposób z jednym lub kilkoma aktywatorami i ewentualnie topnikami i praży w temperaturach od 600—1300°C, najlepiej w temperaturach od 1000—1300°C, przy czym

aktywatorów dodawać można najpierw do roztworu wyjściowego soli cynku.

I. G. F a r b e n i n d u s t r i e
A k t i e n g e s e l l s c h a f t
Zastępca: inż. F. Winnicki