

337054

P.- 34.146

D 49.581 VIb/80b



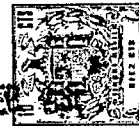
MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
en
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHEIDEANSTALT VORMALS
ROESSLER, entidad alemana, establecida en Weissfrauenstra-
sse 9, Frankfurt/Main, República Federal Alemana, por:
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE PIGMENTOS O CUERPOS
COLORANTES DE SILICATO DE ZIRCONIO".-

=====
Los pigmentos cerámicos a base de silicato de
zirconio con elementos colorantes (o que ceden color) in-
corporados, son muy apreciados para colorear vidriados, en-
gobes, o enlucidos cerámicos, (recubrimientos a base de ma-
5 terial cerámico con fundentes) y masas (a base de material
cerámico y materiales sintéticos), así como para la fabir -
cación de colores de fondo para vidriados.

Estos pigmentos o cuerpos colorantes de zirconio
poseen estabilidad hasta los 1.250°C, en vidriados que
10 contienen zirconio, exentos de plomo.

33705420



Son producidos por calcinación de una mezcla, que consiste en los siguientes componentes:

5 1) Oxido de zirconio o compuestos que forman óxido de zirconio, tales como cloruro de zirconilo u oxiclорuro de zirconio, sulfatos de zirconio, hidróxido de zirconio.

2) Acido silícico (SiO_2)

10 3) Compuestos colorantes de los metales de transición, que contienen, por ejemplo, los elementos vanadio, praseodimio, hierro, cromo, níquel y cobalto.

4) Halogenuros alcalinos, predominantemente fluoruros y cloruros de sodio, como mineralizador (aditivo que activa la reacción).

15 Para obtener los correspondientes compuestos de zirconio, especialmente óxido de zirconio, es usual en la mayor parte de los casos transformar la arena de zirconio presente en la naturaleza (silicato de zirconio ZrSiO_4) por fusión o calcinación con carbonato de sodio o sosa cáustica, o por reacción de óxido de sodio con silicato de zirconio, en silicato de zirconio y sodio ($\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$), acción de un ácido, y preparar por calcinación óxido de zirconio a partir del compuesto de zirconio así separado, preferiblemente sulfato de zirconio básico, óxido de zirconio que se necesita para los pigmentos antes descritos.

25 Es conocido además, eliminar sólo la parte de alcali, por acción de ácidos sobre el silicato de zirconio y sodio, mediante tratamiento conducido de manera adecuada, para lo que se deben separar por lavado las mezclas de ácido silícico y óxido de zirconio, que son relativamente difíciles de tratar o elaborar. Los productos así obtenidos

30

337054

20 FEB 1968



son transformados por nueva calcinación en los pigmentos de silicato de zirconio deseados, añadiendo compuestos metálicos colorantes y mineralizador.


5 Es conocido utilizar un producto previo de ácido silícico y dióxido de zirconio para la fabricación de los pigmentos o cuerpos colorantes, el cual se obtiene por reacción en seco de silicato de zirconio y sodio con sales de amonio, y separación subsiguiente por lavado de la correspondiente sal de sodio.

10 Todos estos procedimientos tienen la desventaja de que para la fabricación de los productos que contienen los componentes de zirconio son necesarios procedimientos de varias etapas, y sobre todo la fabricación debe tener lugar por vía húmeda. Ya que se trata de productos relativamente difíciles de tratar o elaborar, estos procedimientos en húmedo necesitan un lujo relativamente grande de instalaciones y tiempo de trabajo.

15 Se ha encontrado ahora que se pueden fabricar dichos pigmentos o cuerpos colorantes de manera especialmente sencillo en un procedimiento de una única etapa, calentando una mezcla de silicato de zirconio y sodio con una sal de amonio añadiendo un compuesto metálico colorante, a temperaturas de 750 a 1300°C.

20 En este procedimiento no es necesario ningún procedimiento en húmedo hasta la formación del pigmento o cuerpo colorante; en lugar de ello, tiene lugar una transformación directa del silicato de zirconio y sodio que se puede obtener por vía seca, en los pigmentos o cuerpos colorantes deseados. El componente metálico colorante penetra así, al salir el sodio, en el retículo cristalino de silicato y zirconio.

30

337054² 

Es sorprendente que sea posible esta transformación directa con el silicato de zirconio y sodio, ya que era conocido que dicha transformación no es posible con el silicato de zirconio. Como sales de amonio se pueden utilizar cloruro fluoruro o sulfato de amonio, no siendo necesario añadir un mineralizador a la mezcla en reacción. Después de la reacción, solo es necesario separar por lavado el compuesto, alcalino resultante de los pigmentos o cuerpos colorantes que se han de obtener.

5

10

En esta reacción se obtienen pigmentos o cuerpos colorantes, que se caracterizan parcialmente por una especial intensidad de color.

15

Eventualmente, se puede añadir además como mineralizador un halogenuro de metal alcalinotérreo o un compuesto de plomo, medida que actúa favorablemente en algunos casos para disminuir la temperatura de reacción o para influir sobre la intensidad de color.

20

Ejemplo: Para la fabricación de azul de zirconio y vanadio, se mezclan 245 de silicato de zirconio y sodio con 132 de sulfato de amonio y 8 de pentóxido de vanadio, y se calcina a 1.050°C. El producto así obtenido es amasado con agua en un molino de bolas, es lavado hasta quedar exento de sulfato y es secado.

25

Resultó un pigmento o cuerpo colorante que, en relación con los pigmentos o cuerpos colorantes de azul de zirconio y vanadio correspondientes, fabricados según otros procedimientos poseía un tono de color más intenso.

30



20
 Otros ejemplos de pigmentos o cuerpos colorantes fabricados según el invento están contenidos en la tabla siguiente:

337054

Material	850	1050	1050	1250	1050	1050	1150
Silicato de zirconio y sodio (23,3% de Na ₂ O) (obtenido por digestión o tratamiento hidrotérmico de ZrSiO ₄ con NaOH)	-	-	-	-	100,0	-	-
Silicato de zirconio y sodio (25% de Na ₂ O) (obtenido por sinterización de 1,3 moles de Na ₂ CO ₃ con 1 mol de ZrSiO ₄)	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Sulfato de hidrógeno y amonio	67,5	-	-	-	-	-	-
Sulfato de amonio	-	63,93	76,00	76,00	42,75	63,93	63,93
Cloruro de amonio	-	-	-	-	3,86	-	-
Metavanadato de amonio	3,61	3,93	3,93	3,93	-	-	-
Oxido de hierro	-	-	-	-	-	-	9,1
Oxido de praseodimio	-	-	-	-	2,73	-	-
Oxido de níquel	-	-	-	2,05	-	-	-
Oxido de bismuto	-	-	7,5	-	-	-	-
Oxido de plomo	-	-	-	-	-	7,5	-
Temperatura de calcinación °C	850	1050	1050	1250	1050	1050	1150
Aspecto en el vidriado	azul muy intenso	-	azul verde	verde azulado	amarillo intenso	amarillo muy intenso	Pardo rosa

14.2.67

14.2.67

337054 20



L La presente solicitud, que corresponde a la pre-
sentada en la República Federal Alemana, con fecha
12 de Marzo de 1966 bajo el número D 49.581 VIb/80b, se
acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Esta-
tuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

10 Los puntos de Invención, propia y nueva, que
se presentan para que sean objeto de esta solicitud de
Patente de Invención en España, por VEINTE años, son
los siguientes:

15 1.- Un procedimiento para la fabricación de
pigmentos o cuerpos colorantes de silicato de zirconio,
caracterizado porque se calienta una mezcla de silicato
de zirconio y sodio con una sal de amonio, añadiendo un
compuesto metálico colorante, hasta temperaturas de 750
a 1.300°C.

20 2.- Un procedimiento según la reivindicación
1, caracterizado porque se utiliza silicato de zirconio
y sodio, que es producido por fusión o calcinación de
silicato de zirconio con carbonato de sodio o sosa cáus-
tica.

25 3.- Un procedimiento según la reivindicación
1, caracterizado porque se añade el compuesto de amonio
utilizado en cantidades que corresponden estequiométrica-
mente al menos a la parte de álcali del silicato de zirco-
nio y sodio.

30 4.- Un procedimiento según la reivindicación 1,

33705420



caracterizado porque se emplean sales de amonio en forma de mezclas.

5 5.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se añaden pequeñas cantidades de un mineralizador o mezcla de mineralizadores.

10 6.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza un silicato de zirconio y sodio que se produce por digestión o tratamiento hidrotérmico de silicato de zirconio con lejía alcalina, bajo presión.

7.- Un procedimiento para la fabricación de pigmentos o cuerpos colorantes de silicato de zirconio.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de siete hojas escritas a máquina por una solca cara.

Madrid, 20 FEB 1967

P.A.

Alberio de Lizaburu
Por Poder

14.2.67

VHM.

- 7 -