

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) (21) **PI 0505810-4 A**

(22) Data de Depósito: 29/12/2005
(43) Data de Publicação: **25/09/2007**
(RPI 1916)



(51) Int. Cl.:
C04B 35/26 (2007.01)

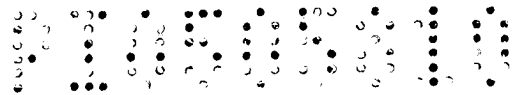
(54) Título: PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PIGMENTOS IRIDESCENTES EM SUBSTRATO MICÁCEO PELO MÉTODO DE PRECURSORES POLIMÉRICOS

(71) Depositante(s): Centro de Tecnologia Mineral (BR/RJ)

(72) Inventor(es): Patrícia Maria Tenório Cavalcante

(74) Procurador: Informark - Infok Serviços Empresariais Ltda.

(57) Resumo: PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PIGMENTOS IRIDESCENTES EM SUBSTRATO MICÁCEO PELO MÉTODO DE PRECURSORES POLIMÉRICOS. É objeto do presente pedido de privilégio de invenção, proteger o processo de produção de pigmentos iridescentes em substrato micáceo pelo método de precursores poliméricos. O método de precursores poliméricos descrito pela primeira vez por Pechini, em 1969, trata da capacidade que alguns ácidos carboxílicos possuem de formar quelatos metálicos. Nesta metodologia é introduzido um precursor catiônico, como por exemplo um sal orgânico, numa mistura com um álcool polihidroxiado (como o etilenoglicol) e um ácido hidroxicarboxílico (como é o caso do ácido cítrico). A síntese pelo método Pechini ocorre pela decomposição do material orgânico, por pirólise e a formação da fase cristalina pela reação dos cátions com os íons oxigênio do próprio polímero ou com o oxigênio do ar. Este método tem sido amplamente usado na síntese de pós cerâmicos, pois produz pós nanométricos, homogêneos e altamente reativos, o que facilitará a sinterização do material. A vantagem da utilização do método Pechini, em detrimento ao de co-precipitação relaciona-se com o fato de que não há controle de pH tomando o método mais fácil de ser controlado, além da utilização de reagentes menos tóxicos. Este método pode ser utilizado para a produção do pigmento iridescente pelo método descrito substituindo Ferro (Fe) por outros cátions como Cu, Mn e Ti. O método pode ainda utilizar outros substratos para a síntese deste tipo de pigmento como quartzo, moscovita sintética e borossilicato em substituição a moscovita mineral.



Relatório descritivo da patente de Privilégio de Invenção para "PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PIGMENTOS IRIDESCENTES EM SUBSTRATO MICÁCEO PELO MÉTODO DE PRECURSORES POLIMÉRICOS".

5 A presente patente de privilégio de invenção se refere a produção de pigmentos, com efeito, iridescente utilizando o método de precursores poliméricos descrita pela patente US 3330697.

Atualmente, encontra-se uma grande variedade de produtos apresentando efeitos iridescentes. Esse tipo de pigmento é usado para fins funcionais como, por exemplo, decoração e segurança. A indústria de tintas, automóveis e plásticos utiliza pigmentos iridescentes para a decoração de seus produtos. No setor de segurança, o efeito óptico
10 ângulo-dependente não pode ser facilmente copiado por máquinas copiadoras e equipamentos fotográficos, por tal motivo, os pigmentos iridescentes são utilizados na confecção de papel moeda.

A grande maioria deste tipo de pigmento consiste de partículas de moscovita recobertas com um tipo de óxido metálico como o titânio e ferro, por exemplo. O efeito
15 iridescente ocorre porque a transparência da partícula de moscovita permite que parte da luz incidente seja transmitida, quando esta luz encontra superfícies de diferentes índices de refração, parte dela é refletida.

Algumas patentes tratam da síntese de pigmentos perolizados utilizando co-
20 precipitação, como é o caso da patente Merck, a PI 9404649-2. Neste método, o íon metálico na forma de sal em solução aquosa é gotejado dentro de um recipiente contendo uma certa quantidade de moscovita dispersa em água sob agitação e aquecimento constante, em torno de 75°C. Para que haja precipitação do íon metálico na forma de hidróxido é feito um controle de pH, utilizando ácido clorídrico e hidróxido de sódio.
25 Quando a solução atinge um perolado ou cores de interferência, a pasta é filtrada, secada e calcinada, em torno de 900°C, em forno tipo mufla, para a formação do óxido do metal sobre a moscovita, que representa o pigmento.

Outros trabalhos descrevem a obtenção de pigmentos utilizando o método de precursores poliméricos, também chamado de método Pechini que foi descrito na patente
30 US 3330697.

Esta invenção trata da obtenção de pigmentos iridescentes de ferro pelo método de precursores poliméricos descrita pela primeira vez por Pechini, em 1969, que trata da capacidade que alguns ácidos carboxílicos possuem de formar quelatos metálicos. Nesta metodologia é introduzido um precursor catiônico, como por exemplo um sal orgânico, numa mistura com um álcool polihidroxilado (como o etilenoglicol) e um ácido hidroxicarboxílico (como é o caso do ácido cítrico). A síntese pelo método Pechini ocorre pela decomposição do material orgânico, por pirólise e a formação da fase cristalina pela reação dos cátions com os íons oxigênio do próprio polímero ou com o oxigênio do ar. Este método tem sido amplamente usado na síntese de pós cerâmicos, pois produz pós nanométricos, homogêneos e altamente reativos, o que facilitará a sinterização do material.

A vantagem da utilização do método Pechini, em detrimento ao de co-precipitação relaciona-se com o fato de que não há controle de pH tornando o método mais fácil de ser controlado, além da utilização de reagentes menos tóxicos.

O método de precursor polimérico consiste na formação de quelatos entre os cátions metálicos (dissolvidos em solventes apropriados) com ácidos hidroxicarboxílicos (ácido cítrico) e posterior polimerização através de uma reação de poliesterificação com poliálcoois (etilenoglicol), visando uma distribuição melhor dos cátions (aleatoriedade) a nível atômico, na estrutura polimérica.

Para a obtenção do citrato de ferro foi preparada uma solução alcoólica 1 M de ácido cítrico. Esta solução foi aquecida sob agitação constante até 75 °C quando foram adicionados etilenoglicol (proporção de 3:2 do ácido cítrico em relação ao etilenoglicol), sulfato férrico (proporção de 3,5:1 do ácido cítrico em relação ao ferro) e moscovita (moscovita) abaixo de 44 µm, a quantidade de moscovita é determinada de acordo com o efeito desejado. A temperatura e a agitação foram mantidas constantes até a formação de um gel.

Na etapa posterior foi feito um tratamento térmico em forno tipo mufla a 500° C por 5 horas para eliminar o material orgânico. Após a eliminação do material orgânico é realizada a calcinação em um forno mufla termoprogramado, com taxa de aquecimento de 10° C por minuto até 1000° C e patamar de 2 horas nesta temperatura, para a formação do óxido de ferro sobre a moscovita.

O pigmento foi caracterizado por difração de raios X apresentando as fases cristalinas hematita e moscovita. A análise termogravimétrica demonstrou a estabilidade térmica deste pigmento, até a temperatura de 1000° C e a análise de tamanho de partícula, a laser, forneceu tamanho médio em torno de 18 micra. O pigmento ainda foi
5 caracterizado por fluorescência de raios X para determinação do teor do óxido de ferro e outros componentes.

O pigmento apresentou uma coloração alaranjada representada pelos parâmetros colorimétricos Cielab $L^* = 42.95$ $a^* = 23.48$ $b^* = 31.36$ e brilho iridescente.



REIVINDICAÇÕES:

- 1) "PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PIGMENTOS IRIDESCENTES EM SUBSTRATO MICÁCEO PELO MÉTODO DE PRECURSORES POLIMÉRICOS", sendo o processo caracterizado por formação de quelatos entre os cátions metálicos (dissolvidos em solventes apropriados) com ácidos hidroxicarboxílicos (ácido cítrico) e posterior polimerização através de uma reação de poliesterificação com poliálcoois (etilenoglicol), visando uma distribuição melhor dos cátions (aleatoriedade) a nível atômico, na estrutura polimérica.
- 2) "PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PIGMENTOS IRIDESCENTES EM SUBSTRATO MICÁCEO PELO MÉTODO DE PRECURSORES POLIMÉRICOS", sendo o processo caracterizado pelo método descrito substituindo Ferro (Fe) por outros cátions como Cu, Mn e Ti.
- 3) "PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PIGMENTOS IRIDESCENTES EM SUBSTRATO MICÁCEO PELO MÉTODO DE PRECURSORES POLIMÉRICOS", sendo o processo caracterizado pela utilização de outros substratos para a síntese deste tipo de pigmento como quartzo, moscovita sintética e borosilicato em substituição a moscovita mineral.



RESUMO

Patente de Privilégio de Invenção para “PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PIGMENTOS IRIDESCENTES EM SUBSTRATO MICÁCEO PELO MÉTODO DE PRECURSORES POLIMÉRICOS”.

5 É objeto do presente pedido de privilégio de invenção, proteger o processo de produção de pigmentos iridescentes em substrato micáceo pelo método de precursores poliméricos.

10 O método de precursores poliméricos descrito pela primeira vez por Pechini, em 1969, trata da capacidade que alguns ácidos carboxílicos possuem de formar quelatos metálicos. Nesta metodologia é introduzido um precursor catiônico, como por exemplo um sal orgânico, numa mistura com um álcool polihidroxilado (como o etilenoglicol) e um ácido hidroxicarboxílico (como é o caso do ácido cítrico).

15 A síntese pelo método Pechini ocorre pela decomposição do material orgânico, por pirólise e a formação da fase cristalina pela reação dos cátions com os íons oxigênio do próprio polímero ou com o oxigênio do ar. Este método tem sido amplamente usado na síntese de pós cerâmicos, pois produz pós nanométricos, homogêneos e altamente reativos, o que facilitará a sinterização do material.

20 A vantagem da utilização do método Pechini, em detrimento ao de co-precipitação relaciona-se com o fato de que não há controle de pH tornando o método mais fácil de ser controlado, além da utilização de reagentes menos tóxicos.

 Este método pode ser utilizado para a produção do pigmento iridescente pelo método descrito substituindo Ferro (Fe) por outros cátions como Cu, Mn e Ti. O método pode ainda utilizar outros substratos para a síntese deste tipo de pigmento como quartzo, moscovita sintética e borosilicato em substituição a moscovita mineral.