

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

J. 72 430 IV 8/22 f vom 6.6.1942

1299 J/F.

Krefeld den 5. Juni 1942

Braune Eisenoxydpigmente.

BAG - Target

3414 - 30/4.17

Es ist bekannt aus Eisensalzlösungen mit basischen Mitteln Eisenoxydhydrate auszufällen. Diese ergeben, erforderlichenfalls mehr oder weniger weitgehend oxydiert, nach dem Dehydratisieren in der Hitze braune bis schwarze Pigmente, die jedoch eine verhältnismässig niedrige Farbkraft und einen eng begrenzten Nuancenbereich zeigen.

Es wurde nun gefunden, dass das erwähnte bekannte Verfahren, falls es unter Zusatz von wasserlöslichen Manganverbindungen ausgeführt wird, braune Pigmente liefert, die den bekannten hinsichtlich Farbton und -stärke in überraschendem Masse überlegen sind. Der Farbton hängt hierbei hauptsächlich von der Höhe des Manganzusatzes ab. So liefern z.B. schon etwa 2 Mol-% Mangan nach dem Glühen reine, satte Brauntöne. Zusätze von etwa 5-10 Mol-% führen zu wesentlich dunkleren Farbtönen und von etwa 20 Mol-% an fallen schwarzbraune bis schwarze Pigmente an.

Als Ausgangsstoffe können die verschiedensten Eisensalzlösungen, insb. also die Abfallsäuren der Eisenbeizerei herangezogen werden. Bei der Fällung, die am einfachsten und billigsten mit gelöschtem und aufgeschlammtem Kalk erfolgt, wird vorzugsweise ein geringer Überschuss - z.B. 1-3% - an Fällungsmittel über die zur Fällung stöchiometrisch erforderliche Menge verwendet. Sie wird vorzugsweise bei erhöhter Temperatur, z.B. 90°, ausgeführt, da hierbei weichere, als Pigment besser deckende Niederschläge entstehen als bei gewöhnlicher Temperatur. Die Oxydation erfolgt wie üblich, z.B. mit durchgeblasener Luft, so lange, bis ein geeignetes Verhältnis von  $Fe^{++} : Fe^{+++}$ , z.B. = 1:3, erreicht ist.

## Beispiel 1.

16 kg Kalkhydrat werden in 500 l Wasser aufgeschlammmt und mit 55 l einer 37 Vol-%igen Eisenchloridlösung, die 0,6 kg  $MnCl_2 \cdot 4 aq$  enthält, bei 90° gefällt. Innerhalb 4 Stunden wird mit Luft bis zum Verhältnis

2

Fe<sup>++</sup>: Fe<sup>+++</sup> = 1:3 oxydiert. Dann wird die Fällung salzfrei gewaschen, getrocknet und zu einem satten Braun hervorragender Deckkraft bei 700° verglüht. Arbeitet man unter sonst gleichen Bedingungen in Abwesenheit von Mangan, so erhält man ein helleres, farbschwächeres Pigment.

#### Beispiel 2.

150 kg einer Abfallbeisssäure mit einem Gehalt von 44 kg Eisenchlorür werden mit 2 kg Manganchlorür versetzt, auf 95° geheizt und mit einer 30%igen Aufschlämmung von Kalkhydrat gefällt bis ein pH von 8,5 erreicht ist. Dabei wird mit Luft oxydiert bis ein Verhältnis Fe<sup>++</sup>:Fe<sup>+++</sup> = 1:4 entstanden ist. Hierauf wird der Niederschlag gewaschen, getrocknet und bei 800° geglüht, wodurch ein leuchtendes, farbstarkees Braun entsteht.

#### Patentansprüche.

- 1.) Braune Eisenoxydpigmente enthaltend bis zu 20 Mol-% Manganoxyde.
- 2.) Verfahren zur Herstellung von braunen Eisenoxydpigmenten durch Ausfällen von Eisenoxydhydraten aus Eisensalzlösungen mit basischen Mitteln gegebenenfalls Oxydieren, und Dehydratisieren, dadurch gekennzeichnet, dass man in Gegenwart von wasserlöslichen Manganverbindungen in Mengen bis zu etwa 20 Mol-% arbeitet.