



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103254662 A

(43) 申请公布日 2013.08.21

(21) 申请号 201310209630.5

(22) 申请日 2013.05.27

(71) 申请人 道奇威(成都)科技有限公司

地址 610015 四川省成都市实业街59号新
世界商务楼12楼

(72) 发明人 张小兵

(51) Int. Cl.

C09C 1/36(2006.01)

C09C 3/12(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种制造超分散金红石型钛白粉的有机表面
改性方法

(57) 摘要

一种制造超分散金红石型钛白粉的有机表面
改性方法,其特征是使用一种或多种有机硅材料,
通过湿法(以去离子水为稀释剂,将有机硅材料
与钛白粉进行混合)和干法(利用雷蒙磨或气流
粉碎机等粉碎设备作用于钛白粉粒子),对金红
石型钛白粉进行表面改性处理。能够同时显著提
高钛白粉的油分散性和水分散性。本发明具有操
作简单、制作方便、反应条件温和,无环境污染、成
本低的优点。

1. 一种制造超分散金红石型钛白粉的有机表面改性方法,其特征是:先将适量粘度的有机硅材料加入到适量去离子水中,再加入未经有机包膜处理的金红石型钛白粉,进行打浆处理 30 分钟;将钛白粉在 105 度的烘箱中烘烤至完全干燥,冷却后将钛白粉用小型气流粉碎机进行粉碎,制得所需的钛白粉;

以上所述的有机硅材料是粘度为 1-150cst 的氨基三烷氧基硅烷和烷烃三烷氧基硅烷的一种或几种的复配物,其分子式分别为:

烷烃三烷氧基硅烷

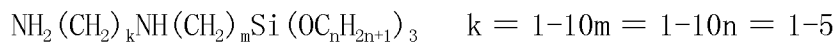


氨基三烷氧基硅烷是含有单氨基三烷氧基硅烷和双氨基三烷氧基硅烷的一种或两种的复配物,分子式分别为:

单氨基三烷氧基硅烷



双氨基三烷氧基硅烷



有机硅材料复配物的用量为钛白粉重量的 0.5-5.0%;

所述钛白粉是未经任何有机处理金红石型钛白粉。

一种制造超分散金红石型钛白粉的有机表面改性方法

技术领域

[0001] 本发明属于金红石型钛白粉的有机表面改性方法,更具体说是对金红石型钛白粉进行有机包裹,从而同时提高其在油性体系和水性体系中的分散性的方法。

背景技术

[0002] 金红石型钛白粉作为一种高档白色颜料,广泛应用于油漆、油墨、造纸、乳胶漆等油性体系和水性体系,钛白粉的遮盖力是所有白色无机颜料中最高的,当然其价格也是相对最贵的。钛白粉高遮盖力性能的体现,必须通过提高其在不同应用体系中的分散性才能完成。应用体系一般分油性体系和水性体系,分散性的测试方法如下:

[0003] 钛白粉油分散性的测试方法:

[0004] 1)、设备仪器及药品:PM240-III 平磨仪,刮板细度仪(0-8),调刀,标准浆料,无水乙醇。

[0005] 2)、钛白浆料制作方法:

[0006] i. 称量二氧化钛样品 3 克(精确到 0.01 克),标准浆料 3 克(精确到 0.01 克),标准浆料 2 克(精确到 0.01 克)待用;

[0007] ii. 将 3 克浆料完全转移到平磨仪上,把 3 克样品倒到浆料上,用调刀调匀,将浆料置于平磨仪中心,研磨;

[0008] iii. 设定平磨仪转数为 25 转,研磨 4 次,每次用调刀把平磨仪的两个面上的浆料收集于平磨仪中心;

[0009] iv. 研磨完 4 次后,把平磨仪一个面上的浆料刮去不要,另一个面上的浆料再加 2 克标准浆料,调匀,25 转研磨 4 次,每次用调刀把平磨仪的两个面上的浆料收集于平磨仪中心。

[0010] 3)、钛白粉油分散性测试:

[0011] i. 用酒精和棉布擦干净刮板细度计;

[0012] ii. 取一大滴磨好的浆料(以能充满沟槽而略多为宜)置于刮板细度计 0 刻度处;

[0013] iii. 以双手拇指食指及中指持刮刀,使刮刀与刮板细度计表面垂直,以适宜的速度将刮刀由沟槽的深部向浅部拉过;

[0014] iv. 立即(不超过 5 秒钟)横捏细度计并倾斜,使视线与沟槽平面成 15-30 度角对光观察沟槽中颗粒(4 个以上)均匀显露处的刻度值,读数值即所测油分散性数值。一般按 1-7 级进行分级,数值越高,表示油分散性越好。

[0015] 钛白粉水分散性的测试方法:

[0016] 1)、称量:

[0017] 称取钛白粉 15g、放入预先装有 285ml 去离子水的 500ml 烧杯中。

[0018] 2)、分散:

[0019] 将烧杯放在磁力搅拌器上搅拌 30min。

[0020] 3)、初浆测定:

[0021] 取振荡浆料 10ml 放入已恒重的称量瓶中,称取浆料重量 W_1 、然后于 140℃ 烘 4 小时以上至恒重、冷却后称取残留部分重量计 W_2 。

[0022] 4)、静止沉降:

[0023] 将剩余分散浆料装入 250ml 量筒中、使液面保持 200ml,置于平坦的操作平台上静止沉降 5 小时。

[0024] 5)、分散液取样:

[0025] 用吸管吸取分散液至 250ml 烧杯中、吸液从液面开始至距液底 30ml 部分。

[0026] 6)、分散液烘干称重:

[0027] 用移液管吸取 10ml 放入已恒重的称量瓶中、称其重量为 W_3 、将分散液于 140℃ 烘 4 小时以上至恒重、冷却后称量残留份重量计 W_4 。

[0028] 7)、计算:

[0029] 水分散性% = $\frac{W_4 \square W_1}{W_2 \square W_3} \square 100$ 式中: W_1 -称取的试样料浆重量(g); W_3 -分散液试样重量

(g);

[0030] W_2 -试样料浆的固相物重量(g); W_4 -分散液试样的固相物重量(g)。

[0031] 水分散性的范围为 0-100%,百分比越高,表示水分散性越好。

[0032] 通过选用合适的有机包膜材料对金红石型钛白粉进行表面包覆处理,单独提高其油分散性或者是水分散性是不难的,比如用 TMP(三羟甲基丙烷)、TME(三羟甲基乙烷)可以显著提高油分散性,用柠檬酸、三乙醇胺可以显著提高水分散性。但是通过有机包膜处理同时大幅度提高钛白粉的水分散性和油分散性是很困难的,常规的有机表面改性方法是无法达到的,国内外都未曾见过成功案例的报道。

发明内容

[0033] 本发明是提出采用一种或几种有机硅材料,对金红石型钛白粉进行有机表面改性处理,得到同时具有高油分散性和高水分散性的超分散金红石型钛白粉的方法。

[0034] 我们通过如下的技术方案来实现上述目的:

[0035] 1. 将适量的去离子水加入到带有高速搅拌装置的处理槽中,开动搅拌,转速为 1000 转/分至 3000 转/分;

[0036] 2. 将计量的一种或几种有机硅材料加入到处理槽中,搅拌 1-5 分钟;

[0037] 3. 缓慢添加计量的金红石型钛白粉(金红石型钛白粉为已经经过硅铝无机包膜的硫酸法金红石型钛白粉),进行打浆处理 15-20 分钟,转速为 2000 转/分至 3000 转/分;

[0038] 4. 将金红石型钛白粉浆料在 105 摄氏度的烘箱内进行烘干后,再进行气流粉碎,制得所需的高油分散性和高水分散性的超分散金红石型钛白粉产品。

[0039] 其中所述的有机硅材料是粘度为 1-150cst 的烷烃三烷氧基硅烷和氨基三烷氧基硅烷的一种或几种的复配物,其分子式分别为:

[0040] 烷烃三烷氧基硅烷

[0041] $C_m H_{2m+1} Si (OC_n H_{2n+1})_3$ $m = 1-16n = 1-4$

[0042] 氨基三烷氧基硅烷是含有单氨基三烷氧基硅烷和双氨基三烷氧基硅烷的一种或两种的复配物,分子式分别为:

[0043] 单氨基三烷氧基硅烷

[0044] $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_m\text{Si}(\text{OC}_n\text{H}_{2n+1})_3$ $m = 1-10n = 1-5$

[0045] 双氨基三烷氧基硅烷

[0046] $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_k\text{NH}(\text{CH}_2)_m\text{Si}(\text{OC}_n\text{H}_{2n+1})_3$ $k = 1-10m = 1-10n = 1-5$

具体实施方式

[0047] 实施例 1：

[0048] 取 200 毫升去离子水加入到带有高速搅拌装置的 1000 毫升的玻璃烧杯中，开动搅拌，缓慢加入 100 克的金红石型钛白粉（金红石型钛白粉为已经经过硅铝无机包膜的硫酸法金红石型钛白粉），进行打浆处理 30 分钟；将金红石型钛白粉浆料在 105 摄氏度的烘箱中烘烤 10 小时，冷却后将金红石型钛白粉用小型气流粉碎机进行粉碎，制得所需的金红石型钛白粉样品。

[0049] 实施例 2：

[0050] 取 200 毫升去离子水加入到带有高速搅拌装置的 1000 毫升的玻璃烧杯中，开动搅拌，加入 0.5 克三羟甲基丙烷 (TMP)，搅拌至三羟甲基丙烷完全溶解，再缓慢加入 100 克的金红石型钛白粉（金红石型钛白粉为已经经过硅铝无机包膜的硫酸法金红石型钛白粉），进行打浆处理 30 分钟；将金红石型钛白粉浆料在 105 摄氏度的烘箱中烘烤 10 小时，冷却后将金红石型钛白粉用小型气流粉碎机进行粉碎，制得所需的金红石型钛白粉样品。

[0051] 实施例 3：

[0052] 取 200 毫升去离子水加入到带有高速搅拌装置的 1000 毫升的玻璃烧杯中，开动搅拌，加入 0.5 克三羟甲基乙烷 (TME)，搅拌至三羟甲基乙烷完全溶解，再缓慢加入 100 克的金红石型钛白粉（金红石型钛白粉为已经经过硅铝无机包膜的硫酸法金红石型钛白粉），进行打浆处理 30 分钟；将金红石型钛白粉浆料在 105 摄氏度的烘箱中烘烤 10 小时，冷却后将金红石型钛白粉用小型气流粉碎机进行粉碎，制得所需的金红石型钛白粉样品。

[0053] 实施例 4：

[0054] 取 200 毫升去离子水加入到带有高速搅拌装置的 1000 毫升的玻璃烧杯中，开动搅拌，加入 5 克柠檬酸，搅拌至柠檬酸完全溶解，再缓慢加入 100 克的金红石型钛白粉（金红石型钛白粉为已经经过硅铝无机包膜的硫酸法金红石型钛白粉），进行打浆处理 30 分钟；将金红石型钛白粉浆料在 105 摄氏度的烘箱中烘烤 10 小时，冷却后将金红石型钛白粉用小型气流粉碎机进行粉碎，制得所需的金红石型钛白粉样品。

[0055] 实施例 5：

[0056] 取 200 毫升去离子水加入到带有高速搅拌装置的 1000 毫升的玻璃烧杯中，开动搅拌，加入 5 克三乙醇胺，搅拌至三乙醇胺混合均匀，再缓慢加入 100 克的金红石型钛白粉（金红石型钛白粉为已经经过硅铝无机包膜的硫酸法金红石型钛白粉），进行打浆处理 30 分钟；将金红石型钛白粉浆料在 105 摄氏度的烘箱中烘烤 10 小时，冷却后将金红石型钛白粉用小型气流粉碎机进行粉碎，制得所需的金红石型钛白粉样品。

[0057] 实施例 6：

[0058] 取 200 毫升去离子水加入到带有高速搅拌装置的 1000 毫升的玻璃烧杯中，开动搅拌，加入 0.5 克烷烃三烷氧基硅烷，搅拌 3-5 分钟，再缓慢加入 100 克的金红石型钛白粉

(金红石型钛白粉为已经经过硅铝无机包膜的硫酸法金红石型钛白粉),进行打浆处理 30 分钟;将金红石型钛白粉浆料在 105 摄氏度的烘箱中烘烤 10 小时,冷却后将金红石型钛白粉用小型气流粉碎机进行粉碎,制得所需的金红石型钛白粉样品。

[0059] 实施例 7:

[0060] 取 200 毫升去离子水加入到带有高速搅拌装置的 1000 毫升的玻璃烧杯中,开动搅拌,加入 0.25 克氨基三烷氧基硅烷,搅拌 3-5 分钟,再缓慢加入 100 克的金红石型钛白粉(金红石型钛白粉为已经经过硅铝无机包膜的硫酸法金红石型钛白粉),再加入 0.5 克烷烃三烷氧基硅烷,进行打浆处理 30 分钟;将金红石型钛白粉浆料在 105 摄氏度的烘箱中烘烤 10 小时,冷却后将金红石型钛白粉用小型气流粉碎机进行粉碎,制得所需的金红石型钛白粉样品。

[0061] 实施例 8:

[0062] 取 200 毫升去离子水加入到带有高速搅拌装置的 1000 毫升的玻璃烧杯中,开动搅拌,加入 0.5 克氨基三烷氧基硅烷,搅拌 3-5 分钟,再缓慢加入 100 克的金红石型钛白粉(金红石型钛白粉为已经经过硅铝无机包膜的硫酸法金红石型钛白粉),再加入 0.5 克烷烃三烷氧基硅烷,进行打浆处理 30 分钟;将金红石型钛白粉浆料在 105 摄氏度的烘箱中烘烤 10 小时,冷却后将金红石型钛白粉用小型气流粉碎机进行粉碎,制得所需的金红石型钛白粉样品。

[0063] 实施例 9:

[0064] 取 200 毫升去离子水加入到带有高速搅拌装置的 1000 毫升的玻璃烧杯中,开动搅拌,加入 0.5 克氨基三烷氧基硅烷,搅拌 3-5 分钟,再缓慢加入 100 克的金红石型钛白粉(金红石型钛白粉为已经经过硅铝无机包膜的硫酸法金红石型钛白粉),再加入 0.25 克烷烃三烷氧基硅烷,进行打浆处理 30 分钟;将金红石型钛白粉浆料在 105 摄氏度的烘箱中烘烤 10 小时,冷却后将金红石型钛白粉用小型气流粉碎机进行粉碎,制得所需的金红石型钛白粉样品。

[0065] 实施例 10:

[0066] 取 200 毫升去离子水加入到带有高速搅拌装置的 1000 毫升的玻璃烧杯中,开动搅拌,加入 0.5 克氨基三烷氧基硅烷,搅拌 3-5 分钟,再缓慢加入 100 克的金红石型钛白粉(金红石型钛白粉为已经经过硅铝无机包膜的硫酸法金红石型钛白粉),进行打浆处理 30 分钟;将金红石型钛白粉浆料在 105 摄氏度的烘箱中烘烤 10 小时,冷却后将金红石型钛白粉用小型气流粉碎机进行粉碎,制得所需的金红石型钛白粉样品。

[0067] 性能检测

[0068] 按前述的方法,对制得的钛白粉进行分散性测试,检测结果如下:

[0069]

| 钛白粉样品 | 水分散性 (%) | 油分散性 (级) |
|-------|----------|----------|
| 实例 1 | 0 | 3.5 |
| 实例 2 | 3.5% | 6.5 |

| | | |
|-------|-------|-----|
| 实例 3 | 11.5% | 6.7 |
| 实例 4 | 52% | 4.0 |
| 实例 5 | 66% | 5.0 |
| 实例 6 | 30.6% | 6.8 |
| 实例 7 | 60.8% | 6.5 |
| 实例 8 | 95.0% | 7.0 |
| 实例 9 | 77.3% | 6.8 |
| 实例 10 | 34.5% | 6.5 |

[0070] 由上述的实验结果可以看出,采用本发明的有机处理方法对金红石型钛白粉进行表面有机包膜处理,能够同时显著提高金红石型钛白粉的油分散性和水分散性,可以制造出超分散性的金红石型钛白粉。