



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103131212 A

(43) 申请公布日 2013.06.05

(21) 申请号 201310063490.5

(22) 申请日 2013.02.28

(71) 申请人 江苏镇钛化工有限公司
地址 212006 江苏省镇江市新区大港粮山路
55号

(72) 发明人 陈俊 刘俊 潘巧珍 邱键亭

(74) 专利代理机构 南京知识律师事务所 32207
代理人 汪旭东

(51) Int. Cl.

C09C 1/36 (2006.01)

C09C 3/04 (2006.01)

C09C 3/06 (2006.01)

C09C 3/12 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

油性体系专用钛白粉的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种油性体系专用钛白粉的制备方法,包括以下步骤:1)打浆配制钛白粉悬浮浆液,并加入分散剂分散、研磨;2)将研磨后的钛白粉悬浮浆液稀释、过滤;3)加入锆化合物,熟化、沉积;4)加入铝化合物,熟化、沉积;5)调整pH值,熟化;6)洗涤、干燥、气流粉碎。本发明在钛白粉颗粒表面由内而外分别包覆氧化锆膜层和氧化铝膜层,并采用硅烷偶联剂水解液进行有机处理,大大提高了钛白粉的耐候性、亲油性和光泽度,钛白粉吸油量低,分散性好,同时遮盖力与进口钛白粉相当,具有较高的对比率,产品耐温性好,不会引起墨层黄变。



1. 一种油性体系专用钛白粉的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

(1)将钛白粉加入到去离子水中,制成浓度为 500 ~ 800g/l 的悬浮浆液,在悬浮浆液中加入打浆分散剂,搅拌均匀后,用无机碱溶液调整悬浮浆液 pH 值为 9 ~ 11,再对钛白粉悬浮浆液进行研磨处理,其中打浆分散剂重量为钛白粉重量的 0.1 ~ 0.5%;

(2)采用去离子水将研磨后的钛白粉悬浮浆液稀释到 200 ~ 400g/l,再将稀释后的悬浮浆液通过振荡筛过滤;

(3)将过滤后的钛白粉悬浮浆液升温至 40 ~ 60°C,并调 pH 值为 5 ~ 7,在 pH 值 5 ~ 7 范围内在钛白粉悬浮浆液中加入锆化合物,然后将钛白粉悬浮浆液熟化 1 ~ 2 小时,使钛白粉颗粒表面形成一层氧化锆膜层,其中锆化合物重量为钛白粉重量的 0.8 ~ 1.5%,加入方式为与碱并流;

(4)将钛白粉悬浮浆液继续升温到 60 ~ 80°C,加碱逐步调整 pH 值为 8 ~ 10,在 pH 值为 8 ~ 10 范围内在钛白粉悬浮浆液中加入铝化合物,然后将钛白粉悬浮浆液熟化 1 ~ 3 小时,使钛白粉颗粒氧化锆膜层表面形成一层氧化铝膜层,其中铝化合物重量为钛白粉重量的 1 ~ 4%,加入方式为与碱并流;

(5)用无机酸调整钛白粉悬浮浆液 pH 值为 5 ~ 7,并熟化 0.5 ~ 2 小时;

(6)将钛白粉悬浮浆液进行洗涤、干燥、气流粉碎,并在粉碎过程中加入有机处理剂进行有机处理,获得最终钛白粉颗粒。

2. 如权利要求 1 所述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其特征在于:步骤(1)中,悬浮浆液的浓度为 650 ~ 700g/l,打浆分散剂为六偏磷酸钠或硅酸钠,打浆分散剂重量为钛白粉重量的 0.3 ~ 0.4%,搅拌均匀后,用氢氧化钠溶液调整浆液 pH 值为 10 ~ 10.5。

3. 如权利要求 1 所述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其特征在于:步骤(2)中,钛白粉悬浮浆液稀释后的浓度为 300 ~ 350g/l。

4. 如权利要求 1 所述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其特征在于:步骤(3)中,将钛白粉悬浮浆液升温至 50 ~ 55°C,并调 pH 值为 5 ~ 5.5,在上述 pH 值范围内加入硫酸锆或氯化氧锆,硫酸锆或氯化氧锆重量为钛白粉重量的 1.0%,加入方式为与氢氧化钠溶液并流,熟化时间为 1 小时。

5. 如权利要求 1 所述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其特征在于:步骤(4)中,将钛白粉悬浮浆液升温至 65 ~ 70°C,加碱逐步调整 pH 值为 8.5 ~ 9,在上述 pH 值范围内加入偏铝酸钠或硫酸铝,偏铝酸钠或硫酸铝重量为钛白粉重量的 2 ~ 2.5%,加入方式为与氢氧化钠溶液并流,熟化时间为 2 小时。

6. 如权利要求 1 所述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其特征在于:步骤(5)中,用硫酸溶液调整钛白浆液 pH 值为 6 ~ 6.5,熟化时间 1 小时。

7. 如权利要求 1 所述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其特征在于:所述有机处理剂为浓度 3 ~ 10% 的硅烷偶联剂水解液,加入硅烷偶联剂水解液的重量为钛白粉重量的 0.3 ~ 1%。

8. 如权利要求 7 所述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其特征在于:所述硅烷偶联剂水解液的配制方法为:将硅烷偶联剂加水稀释,然后加入 HAc 做水解催化剂,水解 5 分钟,调整 pH 值为 3.5 ~ 4.5。

油性体系专用钛白粉的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种钛白粉的制备方法,尤其是一种吸油量低、分散性好耐候性好的油性体系专用钛白粉的制备方法,属于化工材料技术领域。

背景技术

[0002] 钛白粉是一种白色无机颜料,其不溶于水,弱酸性,且耐热性好,具有无毒、最佳不透明性、最佳白度和光亮度,被广泛应用于涂料、塑料、造纸、印刷油墨、化纤、橡胶、化妆品等行业。对于不同的应用行业来说,钛白粉一般都需要经过无机化合物的处理,以改进其吸油量、耐候性、遮盖力、分散性和光泽度等性能。目前国内钛白粉通常采用通用级钛白粉,而通用级钛白粉吸油量往往偏高,给油性涂料和油墨行业用户带来不利影响,普通钛白粉在油性涂料和油墨行业使用时,白度和分散性不够稳定。

[0003] 申请号为 201010208549.1 的中国发明专利公布了一种油性涂料用钛白粉有机包膜技术,它是使用一种或多种有机硅复配物,通过湿法或干法等粉碎设备作用于钛白粉粒子对钛白粉进行表面改性处理,能够提高钛白粉在油性树脂中的分散速度和分散稳定性,改善钛白粉在油性涂料中的耐温性能。有机包膜的改进,更多的是能提高钛白产品的分散性,而无法改进产品的耐候性。

[0004] 申请号为 201010231162.8 的中国发明专利公布了一种油墨专用钛白粉颜料及其制备方法,其提供的技术方案,是在钛白粉颗粒表面包覆有包膜材料,包膜材料为铝氧化物,具体是先加入一定的碱性铝氧化物搅拌、熟化、沉积,再加入酸性铝氧化物搅拌、熟化、沉积。洗涤、干燥、粉碎后,在超微粉碎时,加入三羟甲基丙烷进行有机处理。该技术的不足之处,在于采用一元铝包覆,其产品耐候性相对略低,采用三羟甲基丙烷有机处理,有机处理工艺简单,钛白产品的耐温性不够高,质量不好时会引起墨层黄变。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种在油性体系吸油量低、分散性好、遮盖力高、耐候性好的钛白粉制造方法。

[0006] 本发明通过以下技术方案予以实现:

一种油性体系专用钛白粉的制备方法,包括以下步骤:

(1)将钛白粉加入到去离子水中,制成浓度为 500~800g/l 的悬浮浆液,在悬浮浆液中加入打浆分散剂,搅拌均匀后,用无机碱溶液调整悬浮浆液 pH 值为 9~11,再对钛白粉悬浮浆液进行研磨处理,其中打浆分散剂重量为钛白粉重量的 0.1~0.5%。

[0007] (2)采用去离子水将研磨后的钛白粉悬浮浆液稀释到 200~400g/l,再将稀释后的悬浮浆液通过振荡筛过滤。

[0008] (3)将过滤后的钛白粉悬浮浆液升温至 40~60℃,并调 pH 值为 5~7,在 pH 值 5~7 范围内在钛白粉悬浮浆液中加入锆化合物,然后将钛白粉悬浮浆液熟化 1~2 小时,使钛白粉颗粒表面形成一层氧化锆膜层,其中锆化合物重量为钛白粉重量的 0.8~1.5%,

加入方式为与碱并流。

[0009] (4)将钛白粉悬浮浆液继续升温到 60 ~ 80℃,加碱逐步调整 pH 值为 8 ~ 10,在 pH 值为 8 ~ 10 范围内在钛白粉悬浮浆液中加入铝化合物,然后将钛白粉悬浮浆液熟化 1 ~ 3 小时,使钛白粉颗粒氧化锆膜层表面形成一层氧化铝膜层,其中 铝化合物重量为钛白粉重量的 1 ~ 4%,加入方式为与碱并流。

[0010] (5)用无机酸调整钛白粉悬浮浆液 pH 值为 5 ~ 7,并熟化 0.5 ~ 2 小时。

[0011] (6)将钛白粉悬浮浆液进行洗涤、干燥、气流粉碎,并在粉碎过程中加入有机处理剂进行有机处理,获得最终钛白粉颗粒。

[0012] 本发明的目的还可以通过以下技术措施来进一步实现。

[0013] 前述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其中步骤(1)中,悬浮浆液的浓度为 650 ~ 700g/l,打浆分散剂为六偏磷酸钠或硅酸钠,打浆分散剂重量为钛白粉重量的 0.3 ~ 0.4%,搅拌均匀后,用氢氧化钠溶液调整浆液 pH 值为 10 ~ 10.5。

[0014] 前述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其中步骤(2)中,钛白粉悬浮浆液稀释后的浓度为 300 ~ 350g/l。

[0015] 前述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其中步骤(3)中,将钛白粉悬浮浆液升温至 50 ~ 55℃,并调 pH 值为 5 ~ 5.5,在上述 pH 值范围内加入硫酸锆或氯化氧锆,硫酸锆或氯化氧锆重量为钛白粉重量的 1.0%,加入方式为与氢氧化钠溶液并流,熟化时间为 1 小时。

[0016] 前述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其中步骤(4)中,将钛白粉悬浮浆液升温至 65 ~ 70℃,加碱逐步调整 pH 值为 8.5 ~ 9,在上述 pH 值范围内加入偏铝酸钠或硫酸铝,偏铝酸钠或硫酸铝重量为钛白粉重量的 2 ~ 2.5%,加入方式为与氢氧化钠溶液并流,熟化时间为 2 小时。

前述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其中步骤(5)中,用硫酸溶液调整钛白浆液 pH 值为 6 ~ 6.5,熟化时间 1 小时。

[0017] 前述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其中所述有机处理剂为浓度 3 ~ 10% 的硅烷偶联剂水解液,加入硅烷偶联剂水解液的重量为钛白粉重量的 0.3 ~ 1%。

[0018] 前述的油性体系专用钛白粉的制备方法,其中所述硅烷偶联剂水解液的配制方法为:将硅烷偶联剂加水稀释,然后加入 HAc 做水解催化剂,水解 5 分钟,调整 pH 值为 3.5 ~ 4.5。

[0019] 本发明在钛白粉颗粒表面由内而外分别包覆氧化锆膜层和氧化铝膜层,并采用硅烷偶联剂水解液进行有机处理,大大提高了钛白粉的耐候性、亲油性和光泽度,钛白粉吸油量低,分散性好,同时遮盖力与进口钛白粉相当,具有较高的对比率,产品耐温性好,不会引起墨层黄变。

[0020] 本发明的优点和特点,将通过下面优选实施例的非限制性说明进行图示和解释,这些实施例,是参照附图仅作为例子给出的。

附图说明

[0021] 图 1 是本发明的流程示意图。

具体实施方式

[0022] 下面结合实施例对本发明作进一步说明。

[0023] 实施例一

(1) 将 400g 钛白粉加入到去离子水中,制成浓度为 650g/l 的悬浮浆液,在悬浮浆液中加入六偏磷酸钠作为打浆分散剂,加入重量为钛白粉重量的 0.3%,搅拌均匀后,用 100g/l 氢氧化钠溶液调整浆液 pH 值为 10,将钛白粉悬浮浆液泵入实验室耐驰砂磨机进行研磨。

[0024] (2) 采用去离子水将砂磨后的钛白粉悬浮浆液稀释到 300g/l,浆液通过 325 目振荡筛,以除去可能存在的微少的粗品钛白大粒子及砂磨磨珠的碎屑和其他杂质。

[0025] (3) 将上述钛白粉悬浮浆液升温到 50℃并调 pH 值 5 ~ 5.5,在此 pH 值范围内加入硫酸锆或氯化氧锆,本实施例优选硫酸锆,硫酸锆加入重量为钛白粉重量的 1.0%,加入方式为与氢氧化钠溶液并流,加完后,将钛白浆液熟化 1 小时,使钛白粉颗粒表面形成一层水合氧化锆膜层,通过沉积的水合氧化锆膜层,可以提高产品的耐候性,并能与二氧化钛颗粒表面很好地结合,使后续的水合氧化铝膜层包覆得更紧密。

[0026] (4) 将钛白粉浆液升温到 67℃,加碱逐步调整 pH 值至 8.5 ~ 9,在此 pH 值范围内加入偏铝酸钠或硫酸铝,本实施例优选偏铝酸钠,偏铝酸钠加入量为钛白粉重量的 2%,加入方式为与氢氧化钠溶液并流,加完后,将钛白浆液熟化 2 小时,使钛白粉颗粒水合氧化锆膜层表面形成一层水合氧化铝膜层,通过沉积的水合氧化铝膜层可以提高产品的亲油性、耐候性、光泽。

[0027] (5) 用 100g/l 硫酸溶液调整钛白浆液 pH 值至 6 ~ 6.5,熟化 1 小时直到 pH 值保持不变,使其充分稳定。

[0028] (6) 将上述钛白水悬浮浆液,进行抽滤、洗涤、干燥、气流粉碎。

[0029] 实施例二

实施例二步骤(1)到步骤(6)与实施例一基本相同,不同之处在于,实施例二步骤(1)中采用 100g/l 的硅酸钠溶液作为砂磨打浆分散剂。

[0030] 实施例三

实施例三步骤(1)到步骤(6)与实施例一完全相同,最后在气流粉碎阶段,加入 0.5% 三羟甲基丙烷进行有机处理。

[0031] 实施例四

实施例四中步骤(1)到步骤(6)与实施例一完全相同,最后在气流粉碎阶段,加入硅烷偶联剂水解液进行有机处理,加入量为钛白粉重量的 0.6%。

[0032] 硅烷偶联剂水解液配制方法:将硅烷偶联剂加水稀释,然后加入 HAc 或盐做水解催化剂,水解 5 分钟,并将 pH 值调至 4.0,在此 pH 下硅烷偶联剂醇解最快,缩合最慢,水解 5 分钟后,即生成含 Si — OH 的水解物。配制的硅烷偶联剂水解液浓度为 5%。

[0033] 实施例五

实施例五与实施例二步骤(1)到步骤(6)完全相同,最后在气流粉碎阶段,加入硅烷偶联剂水解液进行有机处理,加入量为钛白粉重量的 0.6%。硅烷偶联剂水解液配制方法与实施例四中配制方法相同。

[0034] 将实施例一到实施例五制备的钛白粉颜料,与市售钛白颜料进行对比,其中对比样 1 是采用硅铝包覆,对比样 2 是采用铝包覆。

[0035] 对比结果如下:

	实施 例一	实施 例二	实施 例三	实施 例四	实施 例五	对比 样 1	对比 样 2
吸油量%	18.5	18.8	18.0	16.9	18.2	19.2	18.7
光泽度%	91.0	89.9	91.2	92.3	91.6	88.0	89.5
油分散性 (黑格曼指 数)	6.4	6.4	6.6	7.0	6.8	6.5	6.6
对比率 (相对 R-930)	99.2	98.8	99.2	100.2	99.0	98.5	99.0

由对比结果可知,本发明制备的用硅烷偶联剂处理钛白颜料,由于采用卓越的无机和有机处理工艺,产品在油性体系具有极高的分散性、光泽度和极低的吸油量,同时遮盖力与进口钛白粉相当,具有较高的对比率。

[0036] 除上述实施例外,本发明还可以有其他实施方式,凡采用等同替换或等效变换形成的技术方案,均落在本发明要求的保护范围内。

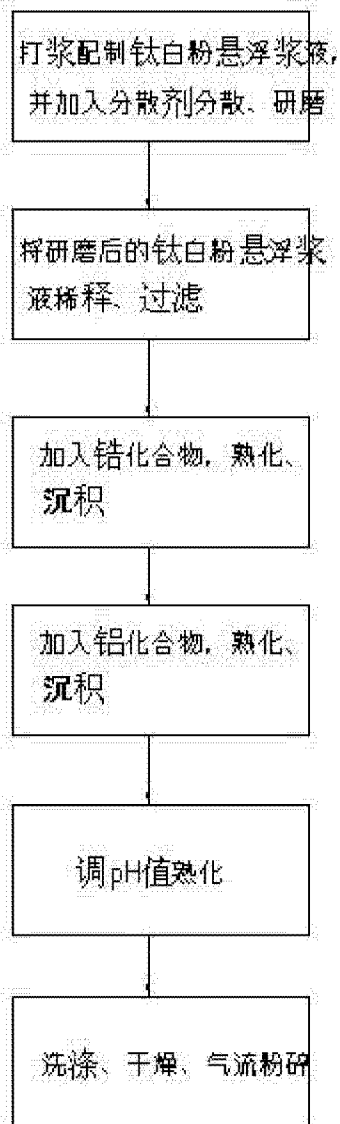


图 1