



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103814090 B

(45)授权公告日 2016.10.05

(21)申请号 201280045530.7

(22)申请日 2012.12.26

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 103814090 A

(43)申请公布日 2014.05.21

(30)优先权数据
13/337,839 2011.12.27 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2014.03.19

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2012/071664 2012.12.26

(87)PCT国际申请的公布数据
W02013/101838 EN 2013.07.04

(73)专利权人 特罗诺克斯有限公司
地址 美国俄克拉何马州

(72)发明人 K·G·潘贾纳尼 D·F·马歇尔
J·D·埃利奥特

(74)专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
72002
代理人 苗征 于辉

(51)Int.Cl.
C09C 1/36(2006.01)

(56)对比文件
CN 1993444 A, 2007.07.04,
CN 1342731 A, 2002.04.03,
CN 101091860 A, 2007.12.26,
WO 0078909 A1, 2000.12.28,
US 2005069704 A1, 2005.03.31,
US 2005202243 A1, 2005.09.15,
CN 1106432 C, 2003.04.23,

审查员 范海滨

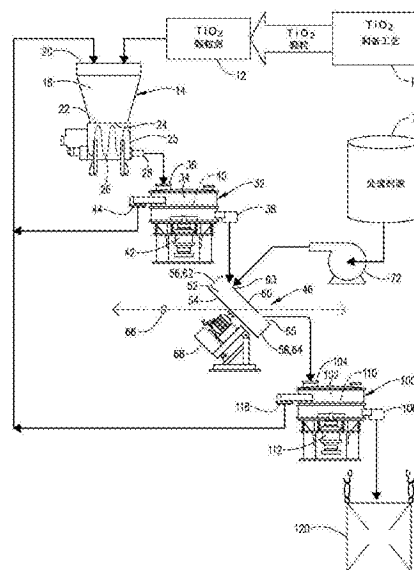
权利要求书3页 说明书17页 附图6页

(54)发明名称

制备二氧化钛颜料的方法和改进二氧化钛
颜料颗粒的可加工性的方法

(57)摘要

本发明提供了一种制备二氧化钛颜料的方法。还提供了一种改进二氧化钛颜料颗粒的可加工性,而不会不利影响二氧化钛颜料的流变性的方法。



1. 以连续方式制备二氧化钛颜料的方法,其包括:
 - (1)制备二氧化钛颗粒;和
 - (2)通过以下步骤改进所述二氧化钛颜料颗粒的可加工性,而不会不利影响所述二氧化钛颜料的流变性:
 - (a)将所述二氧化钛颗粒供入团聚器中;
 - (b)通过在将所述二氧化钛颗粒供入所述团聚器时,将疏水性的有机液体处理剂连续喷涂在所述二氧化钛颗粒上,将所述处理剂与所述二氧化钛颗粒混合;和
 - (c)运行所述团聚器以使所述二氧化钛颗粒形成二氧化钛团聚体。
2. 权利要求1的方法,其中通过氯化物工艺制备所述二氧化钛颗粒。
3. 权利要求1的方法,其中通过硫酸盐工艺制备所述二氧化钛颗粒。
4. 权利要求1的方法,其中所述二氧化钛颗粒为粉末形式,其初级粒径在0.1微米-0.5微米的范围内。
5. 权利要求1的方法,其中在将所述二氧化钛颗粒引入所述团聚器中之前,处理所述二氧化钛颗粒以从其中去除团块。
6. 权利要求5的方法,其中通过将所述二氧化钛颗粒导引通过上游振动筛而处理所述二氧化钛颗粒以从其中去除团块。
7. 权利要求6的方法,其中所述上游振动筛的美国筛目在7-16的范围内。
8. 权利要求1的方法,其中所述处理剂选自硅烷、聚硅氧烷、饱和脂肪酸盐、不饱和脂肪酸盐、膦酸及其衍生物及它们的混合物。
9. 权利要求8的方法,其中所述处理剂选自硅烷、聚硅氧烷及它们的混合物。
10. 权利要求9的方法,其中所述硅烷是具有下式的硅烷:
$$R_n-Si-X_{4-n}$$
其中R是烷基、官能化烷基、芳基、官能化芳基、烷基芳基、或官能化烷基芳基;
X是卤素、羟基或烷氧基;并且
n是1-3。
11. 权利要求10的方法,其中所述硅烷选自己基三氯硅烷、己基甲基二氯硅烷、辛基三氯硅烷、辛基甲基二氯硅烷、丙基三甲氧基硅烷、己基三甲氧基硅烷、辛基三甲氧基硅烷、己基三乙氧基硅烷、辛基三乙氧基硅烷、己基甲基二甲氧基硅烷、辛基甲基二甲氧基硅烷、己基甲基二乙氧基硅烷、辛基甲基二乙氧基硅烷、氨基丙基三甲氧基硅烷、氨基丙基三乙氧基硅烷及它们的混合物。
12. 权利要求9的方法,其中所述聚硅氧烷是具有下式的聚硅氧烷:
$$X-(R_1R_2SiO)_n-Y$$
其中R₁和R₂是氢、烷基或芳基;
X是氢或羟基、烷氧基、烷基、官能化烷基、芳基、或官能化芳基;
Y是氢或烷基、官能化烷基、芳基、或官能化芳基;并且
n是1-2000。
13. 权利要求12的方法,其中所述聚硅氧烷选自聚氢甲基硅氧烷、聚二甲基硅氧烷、聚烷基硅氧烷、聚苯基甲基硅氧烷、聚二苯基硅氧烷及它们的混合物,其中所述聚烷基硅氧烷中的烷基在C₁-C₁₈或更高的范围内。

14. 权利要求9的方法,其中所述处理剂选自正辛基三乙氧基硅烷、聚(氢甲基硅氧烷)、聚(二甲基硅氧烷)及它们的混合物。

15. 权利要求14的方法,其中所述处理剂是聚(氢甲基硅氧烷)。

16. 权利要求1的方法,其中将所述处理剂与所述二氧化钛颗粒在所述团聚器中混合,基于所述二氧化钛颗粒的重量,所述处理剂的量在0.1重量%-2.0重量%的范围内。

17. 权利要求1的方法,其中将所述处理剂以液体喷雾的形式喷涂在所述二氧化钛颗粒上,所述液体喷雾的平均液滴大小不大于100微米。

18. 权利要求1的方法,其中所述团聚器是旋转混合器。

19. 权利要求18的方法,其中所述旋转混合器是盘式造粒机。

20. 权利要求19的方法,其中所述盘式造粒机以相对于水平面呈角度地向下倾斜。

21. 权利要求1的方法,其中将所述二氧化钛团聚体从所述团聚器送入下游的振动筛。

22. 权利要求21的方法,其中所述下游振动筛的美国筛目在2-10的范围内。

23. 权利要求1的方法,其中所述二氧化钛团聚体的平均团聚体大小在200微米-800微米范围内。

24. 以连续方式制备二氧化钛颜料的方法,其包括:

(1)通过氯化物工艺或硫酸盐工艺制备二氧化钛颗粒;和

(2)通过以下步骤改进所述二氧化钛颜料颗粒的可加工性,而不会不利影响所述二氧化钛颜料的流变性:

(a)将所述二氧化钛颗粒供入旋转混合器中;

(b)通过在将所述二氧化钛颗粒供入所述旋转混合器时将疏水性的有机液体处理剂连续喷涂在所述二氧化钛颗粒上而将所述处理剂与所述二氧化钛颗粒混合,其中所述处理剂选自硅烷、聚硅氧烷、饱和脂肪酸盐、不饱和脂肪酸盐、膦酸及其衍生物及它们的混合物;和

(c)运行所述旋转混合器以使所述二氧化钛颗粒形成二氧化钛团聚体。

25. 权利要求24的方法,其中在将所述二氧化钛颗粒引入所述旋转混合器之前,处理所述二氧化钛颗粒以从其中去除团块。

26. 权利要求24的方法,其中所述处理剂选自硅烷、聚硅氧烷及它们的混合物。

27. 权利要求26的方法,其中所述处理剂选自正辛基三乙氧基硅烷、聚(氢甲基硅氧烷)、聚(二甲基硅氧烷)及它们的混合物。

28. 权利要求27的方法,其中所述处理剂是聚(氢甲基硅氧烷)。

29. 权利要求24的方法,其中将所述处理剂与所述二氧化钛颗粒在所述旋转混合器中混合,基于所述二氧化钛颗粒的重量,所述处理剂的量在0.1重量%-2.0重量%的范围内。

30. 改进二氧化钛颜料颗粒的可加工性,而不会不利影响二氧化钛颜料的流变性的方法,其包括:

(a)将所述二氧化钛颜料颗粒供入团聚器中;

(b)通过在将所述二氧化钛颗粒供入所述团聚器时,将疏水性的有机处理剂连续喷涂在所述二氧化钛颗粒上而将所述处理剂与所述二氧化钛颗粒混合,其中将所述处理剂以液体喷雾的形式喷涂在所述二氧化钛颜料颗粒上,所述液体喷雾的平均液滴大小不大于100微米;

(c)运行所述团聚器以使所述二氧化钛颗粒形成二氧化钛团聚体;和

(d)将所述二氧化钛团聚体送出所述团聚器。

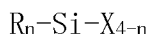
31. 权利要求30的方法,其中在将所述二氧化钛颜料颗粒引入所述团聚器中之前,处理所述二氧化钛颜料颗粒以从其中去除团块。

32. 权利要求31的方法,其中通过将所述二氧化钛颜料颗粒导引通过上游振动筛而处理所述二氧化钛颜料颗粒以从其中去除团块,所述上游振动筛的美国筛目在7-16的范围内。

33. 权利要求30的方法,其中所述处理剂选自硅烷、聚硅氧烷、饱和脂肪酸盐、不饱和脂肪酸盐、膦酸及其衍生物及它们的混合物。

34. 权利要求33的方法,其中所述处理剂选自硅烷、聚硅氧烷及它们的混合物。

35. 权利要求34的方法,其中所述硅烷是具有下式的硅烷:



其中R是烷基、官能化烷基、芳基、官能化芳基、烷基芳基、或官能化烷基芳基;

X是卤素、羟基或烷氧基;并且

n是1-3。

36. 权利要求35的方法,其中所述硅烷选自己基三氯硅烷、己基甲基二氯硅烷、辛基三氯硅烷、辛基甲基二氯硅烷、丙基三甲氧基硅烷、己基三甲氧基硅烷、辛基三甲氧基硅烷、己基三乙氧基硅烷、辛基三乙氧基硅烷、己基甲基二甲氧基硅烷、辛基甲基二甲氧基硅烷、己基甲基二乙氧基硅烷、辛基甲基二乙氧基硅烷、氨基丙基三甲氧基硅烷、氨基丙基三乙氧基硅烷及它们的混合物。

37. 权利要求34的方法,其中所述聚硅氧烷是具有下式的聚硅氧烷:



其中R₁和R₂是氢、烷基或芳基;

X是氢或羟基、烷氧基、烷基、官能化烷基、芳基、或官能化芳基;

Y是氢或烷基、官能化烷基、芳基、或官能化芳基;并且

n是1-2000。

38. 权利要求37的方法,其中所述聚硅氧烷选自聚氢甲基硅氧烷、聚二甲基硅氧烷、聚烷基硅氧烷、聚苯基甲基硅氧烷、聚二苯基硅氧烷及它们的混合物,其中所述聚烷基硅氧烷的烷基在C₁-C₁₈或更高的范围内。

39. 权利要求34的方法,其中所述处理剂选自正辛基三乙氧基硅烷、聚(氢甲基硅氧烷)、聚(二甲基硅氧烷)及它们的混合物。

40. 权利要求39的方法,其中所述处理剂是聚(氢甲基硅氧烷)。

41. 权利要求30的方法,其中将所述处理剂与所述二氧化钛颜料颗粒在所述团聚器中混合,基于所述二氧化钛颜料颗粒的重量,所述处理剂的量在0.1重量%-2.0重量%的范围内。

42. 权利要求30的方法,其中所述团聚器是旋转混合器。

43. 权利要求42的方法,其中所述旋转混合器是盘式造粒机。

44. 权利要求30的方法,其中所述方法以连续方式进行。

制备二氧化钛颜料的方法和改进二氧化钛颜料颗粒的可加工性的方法

背景技术

[0001] 二氧化钛(TiO_2)在全世界生产以用于各种应用。例如,二氧化钛常被用作聚合物组合物、油漆配制物、纸张产品和其他产品中的颜料。

[0002] 通常将二氧化钛颜料制备成粉末形式,其具有特定的性质和性能特征(例如,特定粒径、形状和晶格结构、以及当分散在聚合物组合物中时的流变性质)。颜料颗粒常规地涂覆有一种或多种材料以改性或增强颜料的性质和特性以用于特定应用。例如,颜料颗粒经常被涂覆有起着改进颜料的不透明性、光亮性、耐久性和流变性质作用的化合物。

[0003] 二氧化钛颜料可通过硫酸盐工艺或氯化物工艺制造。在一些情况中,使用的特定制造方法可能影响颜料的性质和特性、以及与其相关的最终应用。

[0004] 在用于制造二氧化钛的硫酸盐工艺中,将钛渣矿(通常是钛铁矿)溶于硫酸中以形成硫酸盐混合物,其包括硫酸钛。从溶液中去掉铁。然后将硫酸钛在溶液中水解而得到不溶性的水化二氧化钛。在煅烧器中加热水化二氧化钛以蒸发水,并使硫酸分解成固体。然后将该固体转化为二氧化钛籽晶,可将其研磨成理想的大小。

[0005] 在用于制造二氧化钛的氯化物工艺中,将干燥的二氧化钛矿石与焦炭和氯一起供入氯化器中以制得卤化钛(例如四氯化钛)。将气态的卤化钛(例如四氯化钛)和氧气的气流加热,并在高流速下引入长型的气相氧化反应器导管中。在反应器导管中进行高温(约 2000°F – 2800°F)氧化反应,由此制备颗粒状的固体二氧化钛和气态反应产物。然后将二氧化钛和气态反应产物冷却,并回收二氧化钛颗粒。

[0006] 在典型的二氧化钛制备工艺中,将二氧化钛制备成细粉末形式,其往往非常蓬松。当输送、打包和从包袋卸载该颜料时,所制备的二氧化钛粉末的细粒径和蓬松性可造成有问题的粉尘形成。此外,二氧化钛产品的细粒径可造成颜料颗粒的显著桥接,其可使得难以输送该产品,并使该产品不易于流动通过料斗和其他输送设备,所述其他输送设备随后用于将二氧化钛加入其他产品中。

[0007] 为了减少有问题的粉尘,并改进颜料的流动性,可将二氧化钛粉末制成团聚体。但不幸地是,粉末的团聚可能降低颜料在其最终应用中的重要性能。例如,二氧化钛的细粒径对于二氧化钛的性能,例如二氧化钛分散在聚合物组合物中的能力和在该组合物中颜料的流变特性是非常有益的。由此,尝试减少含尘量(dustiness),并改进二氧化钛的颜料流动特性往往牺牲二氧化钛的重要性能。

发明内容

[0008] 在第一方面,本发明提供制备二氧化钛的方法,本发明的该方面包括以下步骤:

[0009] (1)制备二氧化钛颗粒;和

[0010] (2)通过包括以下步骤的方法使二氧化钛颗粒形成二氧化钛团聚体:

[0011] (a)将二氧化钛颗粒供入团聚器中;

[0012] (b)通过在团聚器中将疏水性的有机处理剂喷涂在二氧化钛颗粒上而将所述处理

剂与二氧化钛颗粒混合；和

[0013] (c)运行团聚器以使所述二氧化钛颗粒形成二氧化钛团聚体。

[0014] 在第二方面，本发明提供改进二氧化钛颜料颗粒的可加工性，而不会不利地影响二氧化钛颜料的流变性的方法。本发明的该方面的本发明方法包括以下步骤：

[0015] (a)将二氧化钛颗粒供入团聚器中；

[0016] (b)通过在团聚器中将疏水性的有机处理剂喷涂在二氧化钛颗粒上而将所述处理剂与二氧化钛颗粒混合；

[0017] (c)运行团聚器以使所述二氧化钛颗粒形成二氧化钛团聚体；和

[0018] (d)将二氧化钛团聚体送出团聚器。

[0019] 根据本发明方法制备的二氧化钛颜料团聚体适用于各种应用。该二氧化钛团聚体相对流动自由且具有低起尘性，而且还具有良好的流变性和其他性能。实际上，颜料颗粒的流变性可通过本发明方法增强。所述二氧化钛颜料团聚体特别适用于聚合物组合物中，所述聚合物组合物包括但不限于聚烯烃、聚氯乙烯(PVC)和聚碳酸酯(工程塑料)组合物。

附图说明

[0020] 图1的流程图示出本发明第一方面，即制备二氧化钛颜料的本发明方法。

[0021] 图2的流程图示出本发明第二方面，即改进二氧化钛颜料颗粒的可加工性，而不会不利影响二氧化钛颜料的流变性的本发明方法。

[0022] 图3的示意流程图示出本发明第一方面和其中使用的设备的实例。

[0023] 图4的示意流程图示出本发明第二方面和其中使用的设备的实例。

[0024] 图5示出本发明方法，其包括团聚器和将疏水性的有机处理剂与二氧化钛颗粒混合，并运行团聚器以使所述二氧化钛颗粒形成二氧化钛团聚体的步骤。

[0025] 图6示出用于在团聚器中将处理剂喷涂在二氧化钛颗粒上的喷嘴的可选构造和可选位置。

具体实施方式

[0026] 在第一方面，本发明涉及制备二氧化钛颜料的方法。在第二方面，本发明涉及改进二氧化钛颜料颗粒的可加工性，而不会不利影响二氧化钛颜料的流变性的方法。

[0027] 以下将参照附图，并具体参照图1和图3描述本发明第一方面。制备二氧化钛颜料的本发明方法可以间歇或连续的方式进行。在本申请说明书中具体说明了以连续方式实施本发明方法。通过本发明方法制备的二氧化钛颜料具有改进的可加工性。在本文和在随附的权利要求中使用的“改进的可加工性”是指在加工过程中减小的起尘性和改进的流动性质。

[0028] 根据第一步骤，通过二氧化钛制备工艺10制备二氧化钛颗粒。二氧化钛制备工艺10的确切性质并不重要。用于制备二氧化钛颗粒的工艺是本领域熟知的。例如，二氧化钛制备工艺可以是用于制备二氧化钛的氯化物工艺或用于制备二氧化钛的硫酸盐工艺。在本发明的该方面，二氧化钛制备工艺10是二氧化钛颗粒源12。

[0029] 然后根据下述方法使二氧化钛颗粒形成二氧化钛团聚体。从二氧化钛制备工艺10(二氧化钛颗粒源12)将二氧化钛颗粒输送入进料机构14。例如，如果二氧化钛制备工艺是

氯化物工艺,则颗粒10可以在微粉化步骤之后,从用于冷却颗粒的冷却器连续输送到进料机构14。

[0030] 运行进料机构14以在受控速率下连续向下游进料二氧化钛颗粒。具体的进料速率取决于整体方法的规模,包括通过二氧化钛颗粒源12(在本方面即是二氧化钛制备工艺10)进料二氧化钛颗粒的速度和团聚器(以下描述)的容量。

[0031] 如图3所示,进料机构14是螺杆给料机。螺杆给料机14包括料斗18,料斗18具有用于接收来自二氧化钛颗粒源12(在本方面即是二氧化钛制备工艺10)的二氧化钛颗粒的进口20和出口22。料斗18的出口22连接至包括旋转钻孔机26的外壳25的进口24。包括旋转钻孔机26的外壳25还包括出口28。钻孔机26的转速控制二氧化钛颗粒导出通过出口28的速度。可用作进料机构14的其他结构的实例包括旋转或星形阀给料机、气动给料机和带式或桶式输送机。

[0032] 将二氧化钛颗粒从螺杆给料机14的钻孔机外壳25的出口28连续进料至团块去除器32,其处理颗粒以从中去除团块。二氧化钛颗粒的团块可能例如由于在大的散装容器或包袋中压缩颗粒而形成。

[0033] 如图3所示,团块去除器32包括外壳34,外壳34具有接收二氧化钛颗粒的进口36和出口38。外壳34由被马达42振动的上游振动筛40划分。将二氧化钛颗粒从钻孔机外壳25的出口28送入团块去除器32的外壳34的进口36中,并送入振动筛40上。振动筛40通过马达42连续振动以充分筛分出任何二氧化钛颗粒团块以使颗粒通过筛。未充分筛分以使颗粒通过筛的任何二氧化钛颗粒团块通过团块去除器32的外壳34的循环出口44循环回螺杆给料机14的进口20。筛40的美国筛目优选在约7-约16范围内。更优选地,筛40的美国筛目在约8-约12范围内。

[0034] 将二氧化钛颗粒从团块去除器32的外壳34的出口38连续供入团聚器46中。在供入团聚器46中之前,二氧化钛颗粒为粉末形式,其初级粒径在约0.1-约0.5微米范围内。优选地,二氧化钛颗粒为粉末形式,其初级粒径在约0.15-约0.3微米范围内。

[0035] 二氧化钛颗粒的团块可干扰本发明工艺的团聚步骤。但是,团块去除器32的团块去除步骤是任选的。例如,如果当二氧化钛颗粒从螺杆给料机排出时,二氧化钛颗粒不具有任何有问题的团块或其可能性,则可省去团块去除步骤和团块去除器32。

[0036] 如图5恰好所示,团聚器46将二氧化钛颗粒(如附图标记48表示的)制成二氧化钛团聚体(如附图标记50表示的)。本文中和随附的权利要求中使用的“二氧化钛团聚体”是指结合在一起成球、簇或其他块体的多个二氧化钛颗粒。例如二氧化钛团聚体50可以是以丸粒或小球(prill)的形式。团聚器46优选是旋转混合器。

[0037] 如图3-5中详细示出的,团聚器46是盘式造粒机。盘式造粒机46包括具有底部54的转盘52、从底部垂直延伸的圆周壁56和与底部相对的开口上端60。如图3所示,圆周壁具有上端62和下端64。从团块去除器32的外壳34的出口38将二氧化钛颗粒48通过其开口上端60送入盘式造粒机46(例如通过与圆周壁56的上端62相邻的开口上端60的部分63)。相似地,盘式造粒机46中形成的团聚体50通过其开口上端60送出盘式造粒机46(例如通过与圆周壁56的下端64相邻的开口部分60的部分65)。

[0038] 转盘52以相对于水平面呈一定角度向下倾斜。本文和随附的权利要求中使用的“以相对于水平面呈一定角度向下倾斜”是指以相对于盘式造粒机46所处空间的水平面呈

一定角度向下倾斜。如图3-5所示,通过附图标记66表示水平面。向下倾斜的转盘52的倾斜角度可变化。

[0039] 马达68以顺时针或逆时针方向旋转转盘52。优选地,转盘52以顺时针方向旋转。如下所讨论的,转盘52的转速可变化。

[0040] 通过在团聚器46中将疏水性的有机处理剂70喷涂在二氧化钛颗粒上将所述处理剂与二氧化钛颗粒48混合。本文和随附的权利要求中使用的在“团聚器”中将处理剂喷涂在二氧化钛颗粒上是指在团聚器的实际范围内(例如在转盘52范围内)或当颗粒落入或被送入团聚器时将处理剂喷涂在二氧化钛颗粒上。

[0041] 处理剂70是液体形式,并通过泵72从处理剂源74泵压经过位于转盘52中的一系列喷嘴78,经过与圆周壁56的上端62相邻的开口上端60。当颗粒被送入转盘52时,将处理剂70连续喷涂在二氧化钛颗粒48上。运行团聚器46以将二氧化钛颗粒48制成二氧化钛团聚体50。

[0042] 在团聚器46中将处理剂70喷涂在二氧化钛颗粒48上的方式可变化。例如,如图6所示,在可选的实施方案中,使用单喷嘴78。此外,如图6所示,一个或多个喷嘴的位置可经过转盘52的开口上端60,靠近或甚至邻近圆周壁56的下端64。

[0043] 根据本发明使用的适用作疏水性的有机处理剂70的化合物的实例包括硅烷、聚硅氧烷、饱和脂肪酸盐、不饱和脂肪酸盐、膦酸及其衍生物、以及它们的组合。

[0044] 适用作处理剂70的硅烷优选具有下式:

[0045] (1) R_n-Si-X_{4-n}

[0046] 其中R是烷基(包括官能化烷基)、芳基(包括官能化芳基)或烷基芳基(包括官能化烷基芳基);

[0047] X是卤素、羟基或烷氧基;并且

[0048] n是1-3。

[0049] 具有上式的代表性硅烷包括烷基三氯硅烷、二烷基二氯硅烷、三烷基氯硅烷、烷基三甲氧基硅烷、二烷基二甲氧基硅烷、三烷基甲氧基硅烷、烷基三乙氧基硅烷、二烷基二乙氧基硅烷和三烷基乙氧基硅烷,其中烷基可以在 C_1-C_{18} 或更高的范围内(甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、异丁基、叔丁基、戊基、己基、辛基、癸基、十二烷基等),及它们的组合。

[0050] 具有上式的代表性硅烷包括苯基三氯硅烷、二苯基二氯硅烷、三苯基氯硅烷、苯基三甲氧基硅烷、二苯基二甲氧基硅烷、三苯基三甲氧基硅烷、烷基苯基二氯硅烷、二烷基苯基氯硅烷、烷基二苯基氯硅烷、烷基苯基二甲氧基硅烷、二烷基苯基氯硅烷和烷基二苯基甲氧基硅烷,其中烷基可以在 C_1-C_{18} 或更高的范围内,及它们的组合。

[0051] 用作处理剂70的优选硅烷包括己基三氯硅烷、己基甲基二氯硅烷、辛基三氯硅烷、辛基甲基二氯硅烷、丙基三甲氧基硅烷、己基三甲氧基硅烷、辛基三甲氧基硅烷、己基三乙氧基硅烷、辛基三乙氧基硅烷、己基甲基二甲氧基硅烷、辛基甲基二甲氧基硅烷、己基甲基二乙氧基硅烷、辛基甲基二乙氧基硅烷、氨基丙基三甲氧基硅烷、氨基丙基三乙氧基硅烷及它们的混合物。例如,正辛基三乙氧基硅烷非常适于用作处理剂70。

[0052] 适用作处理剂70的聚硅氧烷优选具有下式:

[0053] (2) $X-(R_1R_2SiO)_n-Y$

[0054] 其中 R_1 和 R_2 是氢、烷基或芳基;

[0055] X是氢或羟基、烷氧基、烷基(包括官能化烷基)或芳基(包括官能化芳基);

[0056] Y是氢或烷基(包括官能化烷基)或芳基(包括官能化芳基);并且

[0057] n是1-2000。

[0058] 具有上式的代表性聚硅氧烷包括聚氢甲基硅氧烷、聚二甲基硅氧烷、聚烷基硅氧烷(其中烷基在C₁-C₁₈或更高的范围内)、聚苯基甲基硅氧烷、聚二苯基硅氧烷及它们的混合物。

[0059] 用作处理剂70的优选聚硅氧烷包括聚氢甲基硅氧烷、聚二甲基硅氧烷、聚己基甲基硅氧烷、聚辛基甲基硅氧烷或它们的组合。例如,聚(氢甲基硅氧烷)、聚(二甲基硅氧烷)及它们的混合物非常适用作处理剂70。

[0060] 适用作处理剂70的饱和脂肪酸盐优选具有下式:

[0061] (3)M⁺OOC-(C_nH_{2n+1})

[0062] 其中M是碱金属、碱土金属或过渡金属;并且

[0063] n在11-17的范围内。

[0064] 具有上式的代表性饱和脂肪酸盐包括月桂酸钠、肉豆蔻酸钠、棕榈酸钠、硬脂酸钠、月桂酸钾、肉豆蔻酸钾、棕榈酸钾、硬脂酸钾、月桂酸钙、肉豆蔻酸钙、棕榈酸钙、硬脂酸钙、月桂酸锌、肉豆蔻酸锌、棕榈酸锌、硬脂酸锌、月桂酸镁、肉豆蔻酸镁、棕榈酸镁和硬脂酸镁。

[0065] 优选的用作处理剂70的饱和脂肪酸盐包括硬脂酸钙、硬脂酸锌、硬脂酸镁或它们的组合。

[0066] 适用作处理剂70的不饱和脂肪酸盐优选具有下式:

[0067] (4)M⁺OOC-(C_nH_{2n-x})

[0068] 其中M是碱金属、碱土金属或过渡金属;

[0069] n在11-17的范围内;并且

[0070] x在1-13的范围内。

[0071] 具有上式的代表性不饱和脂肪酸盐包括油酸钠、亚油酸钠、肉豆蔻油酸钠、棕榈油酸钠、油酸钾、亚油酸钾、肉豆蔻油酸钾、棕榈油酸钾、油酸钙、亚油酸钙、肉豆蔻油酸钙、棕榈油酸钙、油酸锌、亚油酸锌、肉豆蔻油酸锌和棕榈油酸锌。

[0072] 优选的用作处理剂70的不饱和脂肪酸盐包括油酸和/或亚油酸的钠盐、钾盐、钙盐和锌盐的一种或多种。

[0073] 适用作处理剂70的膦酸或其衍生物具有下式:

[0074] (5)R₁-PO(OR₂)(OR₃)

[0075] 其中R₁是烷基、芳基或烷基芳基;并且

[0076] R₂和R₃各自是氢、烷基、芳基或烷基芳基。

[0077] 具有上式的代表性膦酸或其衍生物包括正己基膦酸、正辛基膦酸、2-乙基己基膦酸、2-甲基辛基膦酸、正癸基膦酸、正十二烷基膦酸、正十四烷基膦酸、正十六烷基膦酸、正十八烷基膦酸、苯甲基膦酸及所有以上膦酸的甲酯、乙酯、二甲酯、二乙酯和甲基乙基酯。

[0078] 优选的用作处理剂的代表性膦酸及其衍生物包括正己基膦酸、正辛基膦酸、2-乙基己基膦酸、2-甲基辛基膦酸或它们的组合。

[0079] 有机处理剂70优选硅烷、聚硅氧烷及它们的混合物。更优选地,有机处理剂70选自

正辛基三乙氧基硅烷、聚(氢甲基硅氧烷)、聚(二甲基硅氧烷)及它们的混合物。最优选地,有机处理剂70是聚(氢甲基硅氧烷)。

[0080] 有机处理剂70优选在团聚器46中喷涂在二氧化钛颗粒48上,其方式为在颗粒上产生基本上均匀分布的处理剂。例如,如果从喷嘴78喷涂的处理剂过粗,则可造成颗粒上处理剂的分布不均匀。使一部分颗粒48相对于另一颗粒部分过于润湿可造成一些团聚体50的粒径过大。由此,为了避免这类处理问题,以平均液滴大小不大于100微米,更优选不大于50微米的喷雾形式将处理剂优选喷涂在二氧化钛颗粒上。最优选地,以平均液滴大小不大于30微米的喷雾形式将处理剂优选喷涂在二氧化钛颗粒上。基于二氧化钛颗粒的重量,处理剂优选以约0.1重量%-约2.0重量%范围,更优选约0.4重量%-约0.8重量%范围的量在团聚器46中与二氧化钛颗粒混合。

[0081] 通过本发明方法的团聚步骤形成的二氧化钛团聚体50的大小取决于转盘52中的二氧化钛颗粒的停留时间、转盘的转速和转盘相对于水平面的向下倾斜角度。所使用的确切的停留时间、转速和角度将取决于团聚器46的规模而变化。通常,二氧化钛颗粒48在转盘52中的停留时间在约0.5分钟-约15分钟的范围,更典型地在约1分钟-约5分钟的范围。转盘52通常以约2rpm-约50rpm的范围,典型地以约8rpm-约20rpm的范围内的速度旋转。最后,转盘52通常以相对于水平面为约40度-约60度的范围,更典型地在约45度-约55度的范围内的向下倾斜角度。

[0082] 将二氧化钛团聚体50从团聚器46送出至另一位置。如附图所示,将二氧化钛团聚体50送出至筛分设备100,在筛分设备100中筛分团聚体以确保它们具有均匀大小。在该工艺阶段中,筛分二氧化钛团聚体50和筛分设备100的使用是任选的。

[0083] 如图3所示,筛分设备100包括外壳102,其具有接收二氧化钛团聚体50的进口104和出口106。外壳102由马达112振动的下游振动筛110划分。将二氧化钛团聚体50送出转盘52的开口上端60(例如通过与圆周壁56的下端64相邻的开口上端60的部分65),进入筛分设备100的外壳102的进口104,并送至下游振动筛110上。下游振动筛110通过马达112连续振动以充分筛分团聚体50以允许团聚体通过筛。任何由于过大而无法通过下游振动筛110的二氧化钛团聚体50通过筛分设备100的外壳102中的出口118循环至螺杆给料机14的料斗18的进口20。

[0084] 下游振动筛110的美国筛目优选在约2-约10的范围内,更优选在约4-约8的范围内。二氧化钛团聚体50的平均团聚体大小优选在约200微米-约800微米的范围内,更优选在约300微米-约600微米的范围内。二氧化钛团聚体50的堆密度优选在约0.8g/cm³-约1.4g/cm³的范围内,更优选在约0.9g/cm³-约1.2g/cm³的范围内。

[0085] 如图3所示,将二氧化钛团聚体50从筛分设备100的外壳102的出口106送出进入散容器(例如包袋)120。然后可将二氧化钛团聚体50存放和/或运输以用于聚合物组合物。

[0086] 现参照附图,特别是图2和4描述本发明的第二方面。改进二氧化钛颜料颗粒的可加工性,而不会不利影响二氧化钛颜料的流变性的本发明的创造性方法可以间歇或连续的方式实施。如在本具体实施方式中所述的,本发明工艺以连续方式实施。本文和随附的权利要求中使用的“改进可加工性”是指减小起尘性和改进工艺过程中的流动性质。本文和随附的权利要求中使用的“不会不利影响二氧化钛颗粒的流变性”是指实施工艺后的二氧化钛颗粒的流变性与还未实施工艺的流变性相同或更佳。

[0087] 本发明第二方面的创造性方法包括使二氧化钛颗粒形成本发明的第一方面中所述的二氧化钛团聚体50。本发明该方面的方法不必包括制备二氧化钛颗粒的步骤。在本发明的该方面,二氧化钛颗粒源12可例如是已制备的二氧化钛颗粒的一个或多个散装容器11(例如包袋)。例如,将二氧化钛颗粒从二氧化钛颗粒的散装包袋送至进料机构14。二氧化钛颗粒可通过氯化物工艺或硫酸盐工艺制备。

[0088] 通过本发明方法(本发明各方面的方法)制成的二氧化钛团聚体非常适用于聚合物组合物中。本文和随附的权利要求中使用的“聚合物组合物”是指包含聚合物作为其组分之一的组合物。例如,聚合物组合物可以是适用于形成各种聚合物和塑料产品的聚合物母料组合物。在其中可以使用本发明工艺的二氧化钛颗粒的聚合物组合物的实例包括聚烯烃聚合物组合物、聚氯乙烯聚合物组合物和聚碳酸酯(工程塑料)组合物。

[0089] 根据本发明方法形成的二氧化钛团聚体是流动相对自由且低起尘性的,并具有良好的流变性和其他性能特性,例如,可从包袋输送、打包和卸载所述二氧化钛团聚体而不形成有问题的粉尘。所述二氧化钛团聚体不易于桥接,因此相对易于输送。在随后用于将二氧化钛颜料掺混入其他产品的输送和其他设备中,所述团聚体易于流动。

[0090] 尽管具有以上加工和操作益处,根据本发明方法形成的二氧化钛颜料的特性在最终应用中不会变差。所述团聚体足够易碎,允许它们易于混入与其他应用相关的组合物中和/或与其混合。

[0091] 根据本发明方法制成的二氧化钛团聚体在聚合物组合物中具有优异的流变性。例如,当掺入聚合物母料组合物时,相对于未根据本发明方法团聚的同样的二氧化钛颗粒,所述二氧化钛团聚体可带来较低的转矩值、高熔体流动保留值、低筛网组压力和筛网组残余物不增多。在聚烯烃应用中,根据本发明方法制备的二氧化钛团聚体显示出在抗裂孔性上优于常规的微粉化二氧化钛颜料(未根据本发明方法团聚的二氧化钛颜料)的可观改进。在聚氯乙烯应用中,根据本发明方法制备的二氧化钛团聚体相对于常规的微粉化二氧化钛颜料(未根据本发明方法团聚的二氧化钛颜料)产生改进的可加工性。

[0092] 实施例

[0093] 本发明通过以下实施例示例,这些实施例仅通过示例方式给出,并且绝对不应视为对本发明的限制。

[0094] 对实施例使用以下测试方法:

[0095] 倾注密度

[0096] 通过ASTM B329中描述的方法测试样品的倾注密度。将各样品通过一系列玻璃槽板(glass riffle plate)倾倒入配衡的1立方英寸的立方体中。然后使样品溢流出立方体,使其完全充满。然后小心地使抹刀的直边拖拉过立方体顶以去除多余的材料,剩余的水平线与立方体缘一致。然后称重立方体和样品。从立方体和样品的重量减去空立方体的重量。由此提供在已知(1立方英寸)体积的样品重量,并提供倾倒密度。

[0097] 振实密度

[0098] 样品的振实密度通过ASTM B527-93描述的方法测试。将各样品通过漏斗倾倒入配衡的量筒中。使样品溢流出量筒,使其完全充满。然后小心地使抹刀的直边拖拉过量筒顶以去除多余的材料,剩余的水平线与杯缘一致。然后称重量筒和样品。将量筒和样品放入振实装置中,并通过振实过程循环。从量筒和样品的重量减去空量筒的重量。由此提供在已知体

积中固定的样品重量,并提供样品的振实密度。

[0099] 通过筛分分析的粒径

[0100] 在通过筛分分析分析粒径中,将约7克样品倒入美国筛目为8-325的3"筛网的嵌套组中。记录初始样品重量,并将筛网置于Gilson Performer III型SS3筛网振动器。将振动设为1,并将时间设为15分钟。测量在各筛网中截留的样品重量。通过将筛网中截留的样品重量除以样品初始重量来计算在各筛网中截留的样品%。使用粒径分布数据的统计学分析,将中位数记作颜料团聚体的平均粒径 d_{50} 。

[0101] 粉尘测试

[0102] 在进行粉尘测试中,将25克样品置于2.5"内径的烧结玻璃漏斗中。将漏斗连接至24"高、2.5"外径的管底部。使用空气振动器流化样品。一旦样品被均匀流化,则在24"管的顶部施加真空以收集因流化过程产生的粉尘。在5分钟测试时间之后,移除真空,并将烧结漏斗与样品一起再次称重以确定损失的样品部分的重量。重量损失百分比表示样品的起尘性水平。较低的起尘性水平表示样品较易于处理。

[0103] 颜料流动测试

[0104] 根据ASTM D-1895中描述的步骤进行颜料流动测试。将测试的100cc二氧化钛颜料样品置于大小如ASTM步骤中概述的漏斗中。然后使二氧化钛样品流过漏斗底部处的孔。使用秒表测量100cc颜料流过孔的时间。记录流过漏斗的时间和颜料可流动性的反映。较短的流动时间表示较好的颜料流动性。

[0105] 磨损测试(Attrition Testing)

[0106] 在测试样品的磨损性中,将50克团聚的二氧化钛样品置于塑料夹链袋中。然后将夹链袋与样品一起置于扁平金属基座上。在包袋顶部放置5000克的负载。使用空气振动器将样品和负载进行振动1小时。在磨损测试之前和之后对样品进行粉尘测试和筛分分析。将起尘性水平的变化用以计为对团聚颜料样品的磨损的影响。磨损之后的起尘性水平没有显著提高,表示较好的样品处理特性。

[0107] 高负载测试

[0108] 在进行高负载测试中,将109.5克二氧化钛样品与36.5克低密度聚乙烯干式共混。将共混的混合物加载入Brabender Intelli-Torque Plasti-Corder转矩流变仪("Brabender流变仪"),其配有Type-6Cam混合刀片。在100℃下以100rpm的混合速度熔合混合物9分钟以得到75%的颜料浓缩物。使用运行流变仪的软件程序确定高负载平衡转矩,并测量混合并熔合75%颜料浓缩物所需的转矩。较低的高负载转矩表示颜料浓缩物更易于熔合。

[0109] 熔体流动指数测试

[0110] 根据ASTM D-1238-10中概述的方法进行熔体流动指数测试。使用Nelson Model G810P1实验室研磨器研磨在如上所述的高负载测试步骤中制得的75%颜料浓缩物。在这些测试中,将7.5克颜料浓缩物引入Tinius Olsen MP600熔体流动指数仪器,其配有2.0955mm开口的孔。将测试温度设为190℃,并使用2.16Kg的测压元件测试样品的熔体流动。样品流过熔体流动指数仪器所需的时间用于计算样品的熔体流动指数。较高的熔体流动指数表示较好的颜料浓缩物的流动性。

[0111] 筛网组测试

[0112] 使用配有25:1L/D和3:1压缩比的3/4”单螺杆挤出机的Brabender流变仪进行筛网组测试。在区域1、区域2、区域3和挤出机的模头中分别将挤出机预热至170℃、177℃、185℃和193℃。将美国筛目值分别为40、500和40的预称重的筛网组置于挤出机和模头之间。将挤出机速度设为100rpm。在这些测试中,在高负载测试步骤中制得,然后使用Nelmer Model G810P1实验室研磨机研磨的100克75%颜料进料入挤出机中,然后进行三步骤的吹扫,其使用200克低密度聚乙烯、100克聚苯乙烯和200克低密度聚乙烯。一旦挤出机被彻底吹扫,去除具有残余物的筛网组,并在马弗炉中在700℃下灰化10分钟。以干颜料基重计算筛网组残余物并以ppm记录。通过运行挤出机的软件测试筛网组压力并测试筛网处的压力。较低的筛网组压力和残余物表示良好的颜料分散。

[0113] 实施例I

[0114] 团聚对降低起尘性水平和流动性质的影响

[0115] 在该实施例中,使用以下的二氧化钛颜料:

[0116] (1)根据氯化物工艺,由Tronox LLC制造并以 **TRONOX[®]** CR-834销售的基于氧化铝的亲水性二氧化钛;

[0117] (2)根据氯化物工艺,由Tronox LLC制造并以 **TRONOX[®]** CR-826销售的基于二氧化硅和氧化铝的亲水性二氧化钛;

[0118] (3)根据硫酸盐工艺,由crenox GmbH制造并以crenox[™]R-FK-2销售的基于氧化铝的疏水性二氧化钛;

[0119] 测试中使用的疏水性的有机处理剂是聚(氢甲基硅氧烷)(“PHMS”)。当使用时,以基于二氧化钛颜料颗粒的重量0.6重量%的量使用处理剂。

[0120] 在各测试中,通过将PHMS喷涂在颜料上首先将相应的颜料和PHMS混合。然后将样品送入1夸脱容器中,并在Paul O. Abbe Model#306024辊机(“Abbe辊机”)上以100rpm辊压1小时。然后将团聚颜料样品置于120℃下的烘箱中1小时。

[0121] 然后根据上述步骤测试所得样品的粉尘和流动性质。另外对样品进行磨损测试,然后再次如上所述的测试起尘性分析。在下表1中给出测试结果:

[0122] 表1

[0123]

样品	喷涂的有机处理剂	有机处理剂的量*	起尘性(损失%)	磨损后的起尘性(损失%)	流动性质
TRONOX [®] CR-834 (原样)	无	无	6.84	-	显著桥接 (无流动)
TRONOX [®] CR-834 (经团聚)	PHMS	0.6%	0.16	0.52	6.9 秒
TRONOX [®] CR-826 (原样)	无	无	7.44	-	显著桥接 (无流动)
TRONOX [®] CR-826 (经团聚)	PHMS	0.6%	0.12	0.80	7.2 秒
crenox [™] R-FK-2 (原样)	无	无	0.65	-	显著桥接 (无流动)
crenox [™] R-FK-2 (经团聚)	PHMS	0.6%	0.08	0.12	5.5 秒

[0124] *处理剂的重量%基于二氧化钛颗粒的重量。

[0125] 以上测试结果显示颜料团聚导致起尘性水平的降低和颜料流动性质的改进。

[0126] 实施例II

[0127] 团聚对流变性质的影响

[0128] 在该实施例中,测试以下的二氧化钛颜料:

[0129] (1) **TRONOX[®]** CR-834;

[0130] (2)根据氯化物工艺,由Tronox LLC制造并以 **TRONOX[®]** CR-470销售的基于氧化铝的疏水性二氧化钛;

[0131] (3)根据氯化物工艺,由Tronox LLC制造并以 **TRONOX[®]** 8400销售的基于氧化铝的疏水性二氧化钛;

[0132] (4) **TRONOX[®]** CR-826;和

[0133] (5)根据硫酸盐工艺,由crenox GmbH制造并以crenox[™] R-KB-3销售的基于氧化铝的亲水性二氧化钛;

[0134] 在各测试中,将测试的200克二氧化钛颜料样品置于1夸脱容器中,并在Abbe辊机上以100rpm辊压1小时。然后根据上述步骤测试各经团聚颜料样品的流变性质。测试结果示于下表2。

[0135] 表2

[0136]

试验	高负载转矩 (g-m)	熔体流动指数 (g/10 min)	筛网组压力 (psi)	筛网组残余物 (ppm)
TRONOX [®] CR-834 (原样)	1509	0.0	924	136
TRONOX [®] CR-834 (经团聚)	1482	0.0	761	156
TRONOX [®] CR-470 (原样)	1322	0.0	818	107
TRONOX [®] CR-470 (经团聚)	1323	0.0	769	103
TRONOX [®] 8400 (原样)	1240	0.0	698	68
TRONOX [®] 8400 (经团聚)	1232	0.0	672	93
TRONOX [®] CR-826 (原样)	1797	0.0	1056	157
TRONOX [®] CR-826 (经团聚)	1756	0.0	1456	317

[0137]

试验	高负载转矩 (g-m)	熔体流动指数 (g/10 min)	筛网组压力 (psi)	筛网组残余物 (ppm)
ercnox [™] R-KB-3 (原样)	1796	0.0	1105	187
crenox [™] R-KB-3 (经团聚)	2051	0.0	1114	237

[0138] 测试结果表明简单地团聚颜料样品不能改进样品的流变性质。实际上,在一些情况中,团聚颜料样品使样品的流变性质变差。

[0139] 实施例III

[0140] 有机添加的模式对于流变性的影响

[0141] 在该实施例中,测试以下的二氧化钛颜料:

[0142] (1) TRONOX[®] CR-834;

[0143] (2) TRONOX[®] CR-826; 和

[0144] (3) crenox[™] R-KB-3。

[0145] 在各测试中使用的疏水性的有机处理剂是PHMS。

[0146] 在第一个测试步骤中,用1.2克PHMS喷涂200克各样品颜料。然后将样品送入1夸脱容器中,并在Abbe辊机上以100rpm辊压1小时。

[0147] 在第二个测试步骤中,在注入蒸汽的微粉化器中用6克PHMS使1000克各样品颜料微粉化。

[0148] 在第三个测试步骤中,在注入蒸汽的微粉化器中用PHMS使200克各样品颜料微粉化。然后将样品送入1夸脱容器中,并在Abbe辊机上以100rpm辊压16小时。

[0149] 取3个初始样品,并分别从第一测试步骤、第二测试步骤和第三测试步骤各取3个颜料样品,然后根据上述步骤测试流变性。测试结果示于下表3中。

[0150] 表3

[0151]

试验	高负载转矩 (g-m)	熔体流动指数 (g/10 min)	筛网组压力(psi)	筛网组残余物(ppm)
TRONOX [®] CR-834 (原样)	1509	0.0	924	136
TRONOX [®] CR-834 测试步骤 1 (使用 PHMS 制成团聚体)	1289	4.4	680	156

[0152]

试验	高负载转矩 (g-m)	熔体流动指数 (g/10 min)	筛网组压力(psi)	筛网组残余物(ppm)
TRONOX [®] CR-834 测试步骤 2 (使用 PHMS 微粉化)	1309	4.0	637	60
TRONOX [®] CR-834 测试步骤 3 (使用 PHMS 微粉化, 然后制成团聚体)	1320	3.7	737	105
TRONOX [®] CR-826 (原样)	1797	0.0	1056	157
TRONOX [®] CR-826 测试步骤 1 (使用 PHMS 制成团聚体)	1314	7.0	679	51
TRONOX [®] CR-826 测试步骤 2 (使用 PHMS 微粉化)	1456	4.4	741	73
TRONOX [®] CR-826 TM 测试步骤 3 (使用 PHMS 微粉化, 然后制成团聚体)	1464	4.6	754	53
crenox TM R-KB-3 (原样)	1796	0.0	1105	187
crenox TM R-KB-3 测试步骤 1 (使用 PHMS 制成团聚体)	1320	5.9	808	77
crenox TM R-KB-3 测试步骤 2 (使用 PHMS 微粉化)	1570	3.9	802	76
crenox TM R-KB-3 测试步骤 3 (使用 PHMS 微粉化, 然后制成团聚体)	1557	3.7	802	71

[0153] 测试结果显示出在团聚工艺过程中向颜料样品添加疏水性的有机处理剂提供最

佳的流变性改进。

[0154] 实施例IV-转盘混合器(分批工艺(Batch Process))

[0155] 批量大小和转速对粒径和起尘性水平的影响

[0156] 在该实施例中,测试的二氧化钛颜料是 **TRONOX[®]** CR-834。在测试中使用的疏水性的有机处理剂是PHMS。在进行测试中,使用来自Eirich Machines的1989盘式间歇混合器,Model#RV02(“Eirich混合器”)。

[0157] 在三个样品中,将1500克 **TRONOX[®]** CR-834加入Eirich混合器中。盘转速分别设为20rpm、40rpm和60rpm。当颜料开始在Eirich混合器中混合时,将9克PHMS喷涂在颜料上。

[0158] 在另3个样品中,将3000克 **TRONOX[®]** CR-834加入Eirich混合器中。将盘转速分别设为20rpm、40rpm和60rpm。当颜料开始在Eirich混合器中混合时,将18克PHMS喷涂在颜料上。

[0159] 然后通过筛分分析测试未经团聚的颜料样品和6个经团聚的样品的粒径以及根据上述步骤的起尘性性质。此外根据以上给出的步骤对样品进行磨损测试,并再次对起尘性分析进行测试。测试结果示于下表4。

[0160] 表4

[0161]

颜料	批 量 (g)	盘 转 速 (rpm)	筛分分析(d ₅₀ , 微米)	起 尘 性 (损失%)	磨损后的起尘 性(损失%)
TRONOX[®] CR-834 (原样)	-	-	-	6.84	-
TRONOX[®] CR-834 (经团聚)	1500	20	400	0.44	1.24
TRONOX[®] CR-834 (经团聚)	1500	40	550	0.24	1.48
TRONOX[®] CR-834 (经团聚)	1500	60	760	1.32	1.28
TRONOX[®] CR-834 (经团聚)	3000	20	400	0.60	0.08
TRONOX[®] CR-834 (经团聚)	3000	40	>850	1.52	0.36
TRONOX[®] CR-834 (经团聚)	3000	60	>850	2.00	2.08

[0162] 测试结果显示随着颜料批量和/或盘转速的提高,经团聚颜料的平均粒径增大,并且颜料的起尘性变差。但是,在所有测试条件下的经团聚颜料的起尘性比未经团聚的颜料样品更好。

[0163] 实施例V-转盘混合器(连续工艺)

[0164] 盘角度、盘转速和颜料进料速率对于粒径和起尘性水平的影响

[0165] 在这些测试中使用的二氧化钛颜料是 **TRONOX[®]** CR-834。疏水性的有机处理剂是PHMS。

[0166] 在Mars Mineral,Model P30圆盘造粒机(“Mars混合器”)中进行颜料的多个不同

测试以评价盘角度、盘转速和颜料进料速率对于粒径和起尘性水平的影响。各测试条件在下表5中给出。

[0167] 表5

[0168]

试验	颜料进料速率(g/min)	盘角度(度)*	盘转速(rpm)
1	3200	40	12.5
2	3200	50	12.5
3	3200	60	12.5
4	6700	50	12.5
5	6700	50	37.0
6	8000	50	12.5
7	10000	50	12.5

[0169] *盘式造粒机以相对于进行测试的室内水平面的该角度向下倾斜。

[0170] 在各测试中,使用Schenk Accurate Feeder将TRONOX® CR-834供入Mars混合器。当TRONOX® CR-834落入Mars混合器时,将PHMS以0.6% TRONOX® CR-834进料速率的速率喷涂在颜料上。在各测试中,确定充满Mars混合器的时间(停留时间)。在盘充满后继续颜料团聚工艺15分钟。

[0171] 然后根据前述步骤通过筛分分析测试得到的样品的粒径分布,以及起尘性性质。此外根据以上给出的步骤对样品进行磨损测试,并再次对起尘性分析进行测试。测试结果示于下表6。

[0172] 表6

[0173]

试验	颜料进料速率(g/min)	盘角度(度)*	盘转速(rpm)	停留时间(min)	筛分分析(d ₅₀ ,微米)	起尘性损失%	磨损后的起尘性(损失%)
1	3200	40	12.5	12.50	>4750	0.00	0.08
2	3200	50	12.5	6.00	2560	0.00	0.19
3	3200	60	12.5	3.50	2120	0.00	0.28
4	6700	50	12.5	2.50	1740	0.36	0.44
5	6700	50	37.0	4.25	>4750	0.00	0.12
6	8000	50	12.5	2.50	1515	0.24	0.68
7	10000	50	12.5	1.75	1380	0.36	1.08

[0174] *盘式造粒机以相对于进行测试的室内水平面的该角度向下倾斜。

[0175] 测试结果显示随着盘角度减小,盘转速提高和颜料进料速率降低,颜料团聚体大小增大。在磨损之前和之后,粒化颜料的起尘性水平在所有情况中是非常低的。

[0176] 实施例VI-转盘混合器(连续工艺)

[0177] 有机物和颜料团聚对于流变性的影响

[0178] 在测试中利用的二氧化钛颜料是TRONOX® CR-834。疏水性的有机处理剂是PHMS。

[0179] 对二氧化钛颜料进行4个不同测试以评价向其添加有机处理剂的影响和颜料团聚对颜料的流变性质的影响。

[0180] 在第一个测试中,根据上述步骤评价样品颜料的流变性。

[0181] 在第二个测试中,在微粉化颜料时向1000克样品颜料添加6克PHMS,并根据以上给出的步骤评价所得样品的流变性质。

[0182] 在第三测试中,以16,500克/分钟的颜料进料速率将样品颜料供入Mars混合器。盘以相对于进行测试的室内水平面呈50度的角度向下倾斜,并且盘转速设为10rpm。在该测试中,在团聚工艺过程中不向颜料加入PHMS。然后根据上述步骤评价经团聚颜料的流变性。

[0183] 在第四项测试中,以16,500克/分钟的颜料进料速率将样品颜料供入Mars混合器。盘以相对于进行测试的室内水平面呈50度的角度向下倾斜。盘转速设为10rpm。当颜料落入Mars混合器时,以99克/分钟的速度添加PHMS。然后根据上述步骤评价经团聚颜料样品的流变性。在各测试中使用的颜料的倾倒密度和振实密度与流变性一起在下表7中给出。

[0184] 表7

[0185]

试验	倾倒密度(g/cc)	振实密度(g/cc)	高负载转距(g-m)	熔体流动指数(g/10 min)	筛网组压力(psi)	筛网组残余物(ppm)
TRONOX [®] CR-834 (原样)	0.69	0.83	1745	0.0	909	163
TRONOX [®] CR-834 (经团聚, 无 PHMS)	0.85	1.06	1689	0.0	895	152
TRONOX [®] CR-834 与聚硅氧烷 (使用 PHMS 微粉化)	0.42	0.74	1525	3.1	741	80
TRONOX [®] CR-834	0.89	1.12	1115	5.3	767	47

[0186]

试验	倾倒密度(g/cc)	振实密度(g/cc)	高负载转距(g-m)	熔体流动指数(g/10 min)	筛网组压力(psi)	筛网组残余物(ppm)
(使用 PHMS 团聚)						

[0187] 测试结果显示疏水性的有机处理剂的添加和颜料的团聚一起对颜料流变性的改进作出贡献。

[0188] 实施例VII

[0189] 使用不同类型的有机物的有机添加模式对流变性的影响

[0190] 在这些测试中使用的二氧化钛颜料是TRONOX[®] CR-834。在测试中使用以下的疏水性的有机处理剂:

[0191] (1)PHMS;

[0192] (2)聚(二甲基硅氧烷) (“PDMS”); 和

[0193] (3)正辛基三乙氧基硅烷 (“OTES”)。

[0194] 在第一测试组中,将1.2克PHMS、1.0克PDMS和1.0克OTES单独喷涂在200克二氧化

钛颜料样品上。然后将样品送入1夸脱容器中,并在Abbe辊机上以100rpm辊压1小时。

[0195] 在第二测试组中,将6克PHMS、5克PDMS和5克OTES分别单独加入1000克二氧化钛颜料中,同时将颜料微粉化。所得样品是未团聚的。

[0196] 在第三测试组中,将6克PHMS、5克PDMS和5克OTES分别单独加入1000克二氧化钛颜料样品中。然后,将这些所得样品中的各200克送入1夸脱容器中,并在Abbe辊机上以100rpm辊压16小时。

[0197] 然后根据以上讨论的步骤测试所有9个测试样品和未团聚的颜料的样品。测试结果示于下表8中。

[0198] 表8

[0199]

试验	高负载转矩 (g-m)	熔体流动指数 (g/10 min)	筛网组压力 (psi)	筛网组残余物 (ppm)
TRONOX [®] CR-834 (原样)	1482	0.0	899	171
TRONOX [®] CR-834, 使用 PHMS 团聚	1289	4.4	680	156
TRONOX [®] CR-834,	1309	4.0	637	60

[0200]

试验	高负载转矩 (g-m)	熔体流动指数 (g/10 min)	筛网组压力 (psi)	筛网组残余物 (ppm)
使用 PHMS 微粉化				
TRONOX [®] CR-834, 使用 PHMS 微粉化, 然 后团聚	1320	3.7	737	105
TRONOX [®] CR-834, 使用 PDMS 团聚	1336	4.0	673	71
TRONOX [®] CR-834, 使用 PDMS 微粉化	1392	3.0	679	83
TRONOX [®] CR-834, 使用 PDMS 微粉化, 然 后团聚	1373	3.3	657	71
TRONOX [®] CR-834, 使用 OTES 团聚	1263	5.3	564	59
TRONOX [®] CR-834, 使用 OTES 微粉化	1506	0	844	123
TRONOX [®] CR-834, 使用 OTES 微粉化, 然 后团聚	1533	0	790	152

[0201] 测试结果显示在团聚工艺过程中向颜料添加疏水性的有机处理剂,无论处理剂的确切类型,其提供最佳的流变性改进。

[0202] 由此,本发明非常适合实施目标,并得到所述的结果和益处、以及其中固有的那些结果和益处。

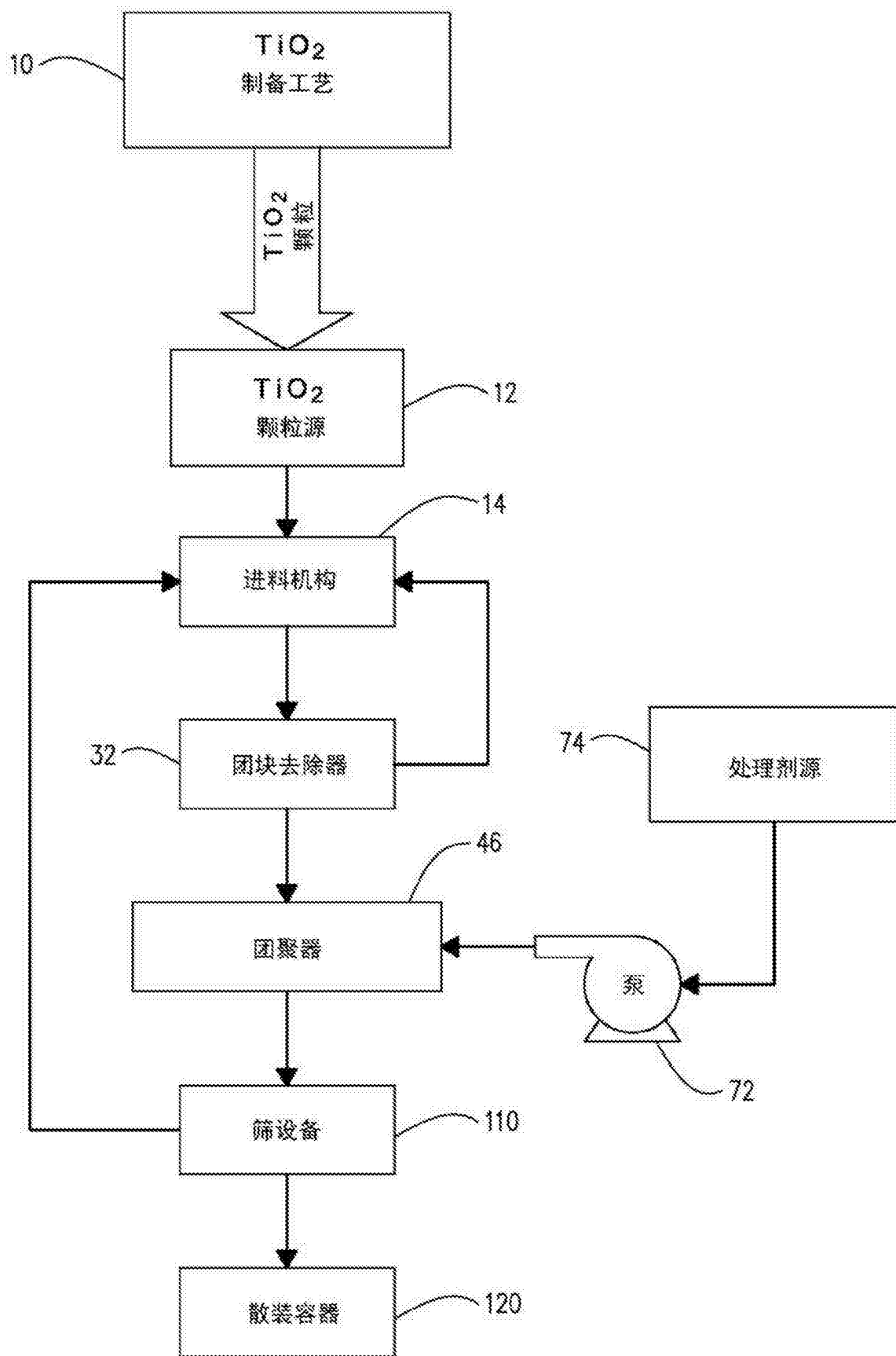


图1

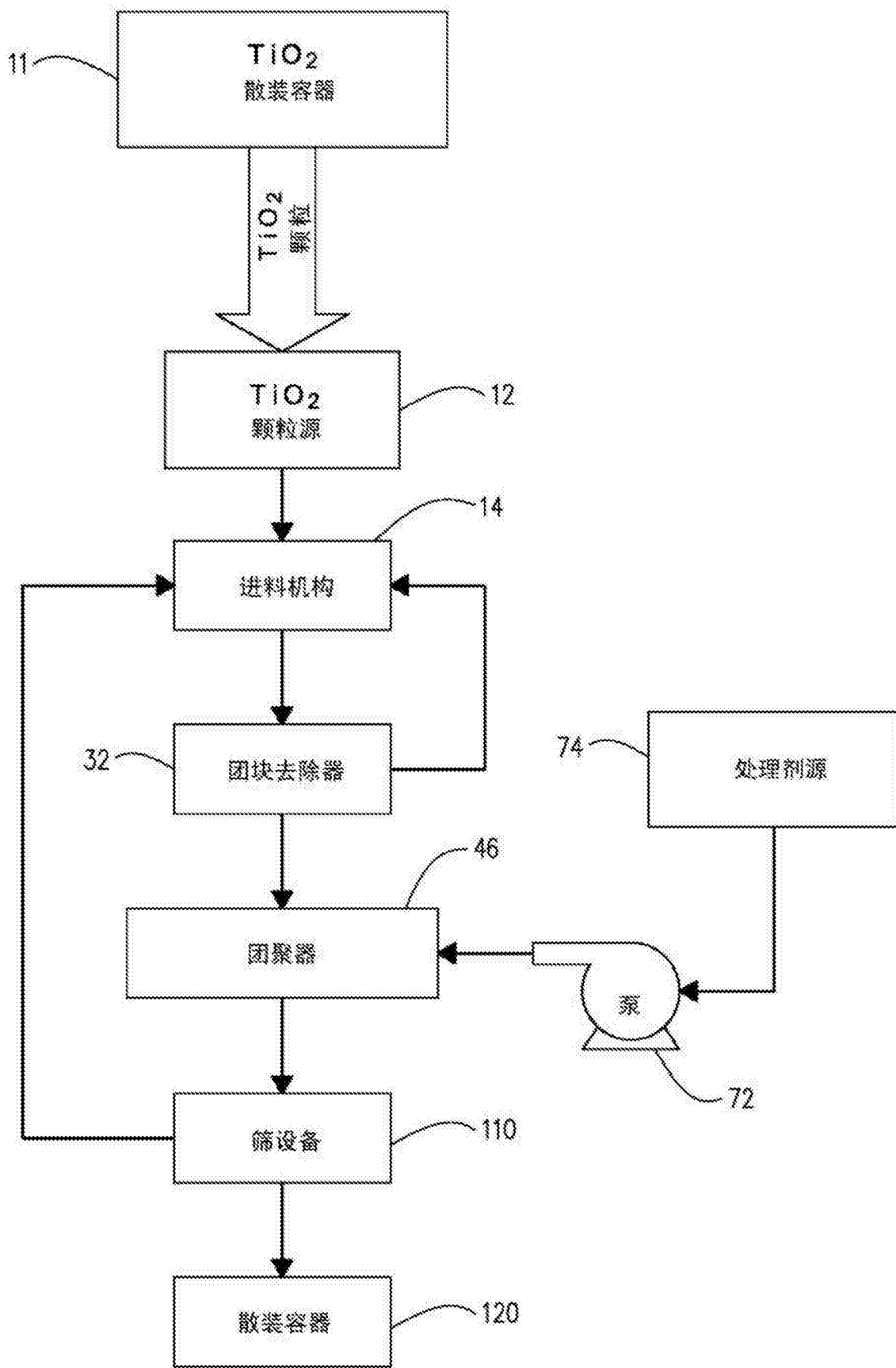


图2

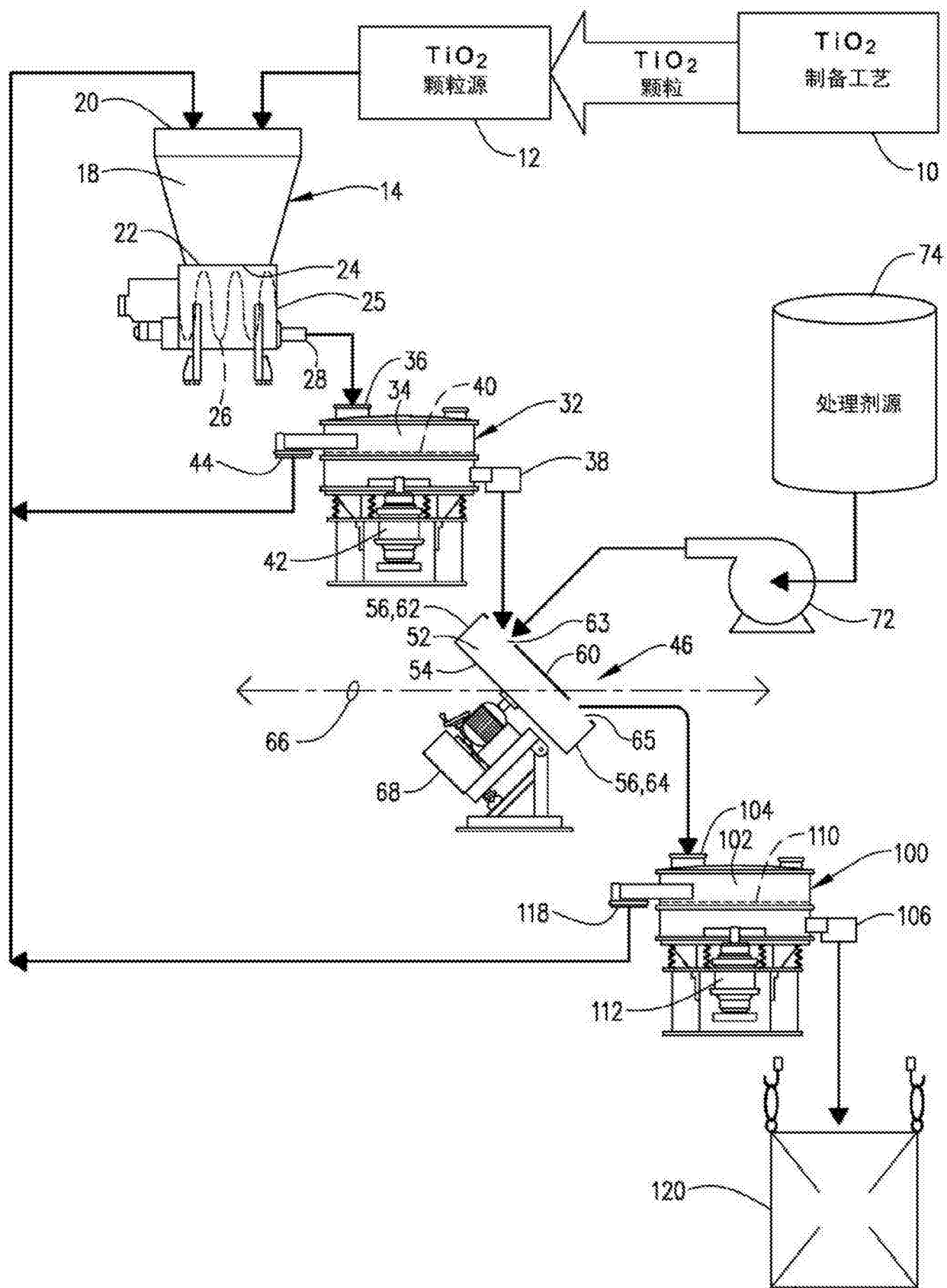


图3

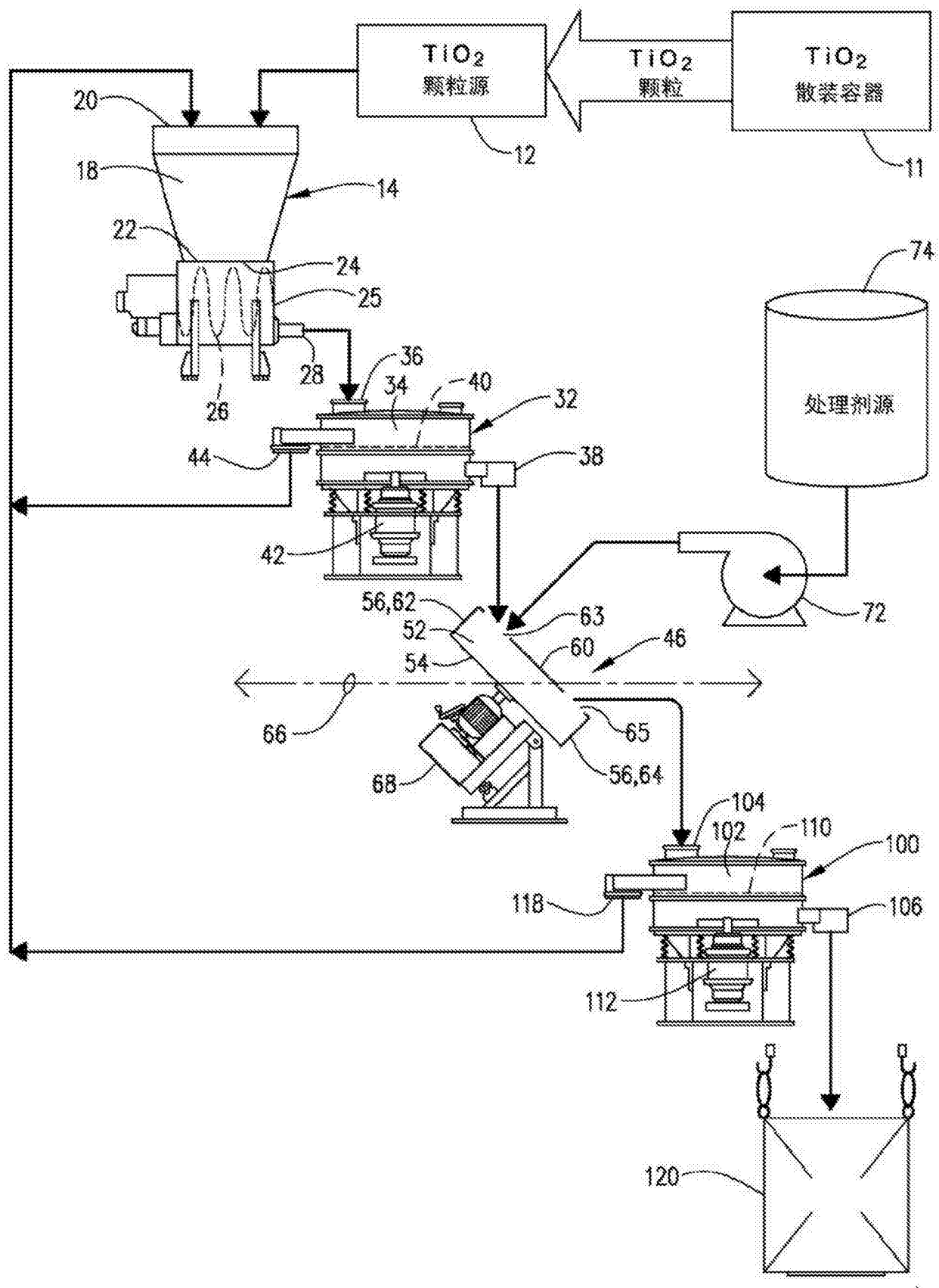


图4

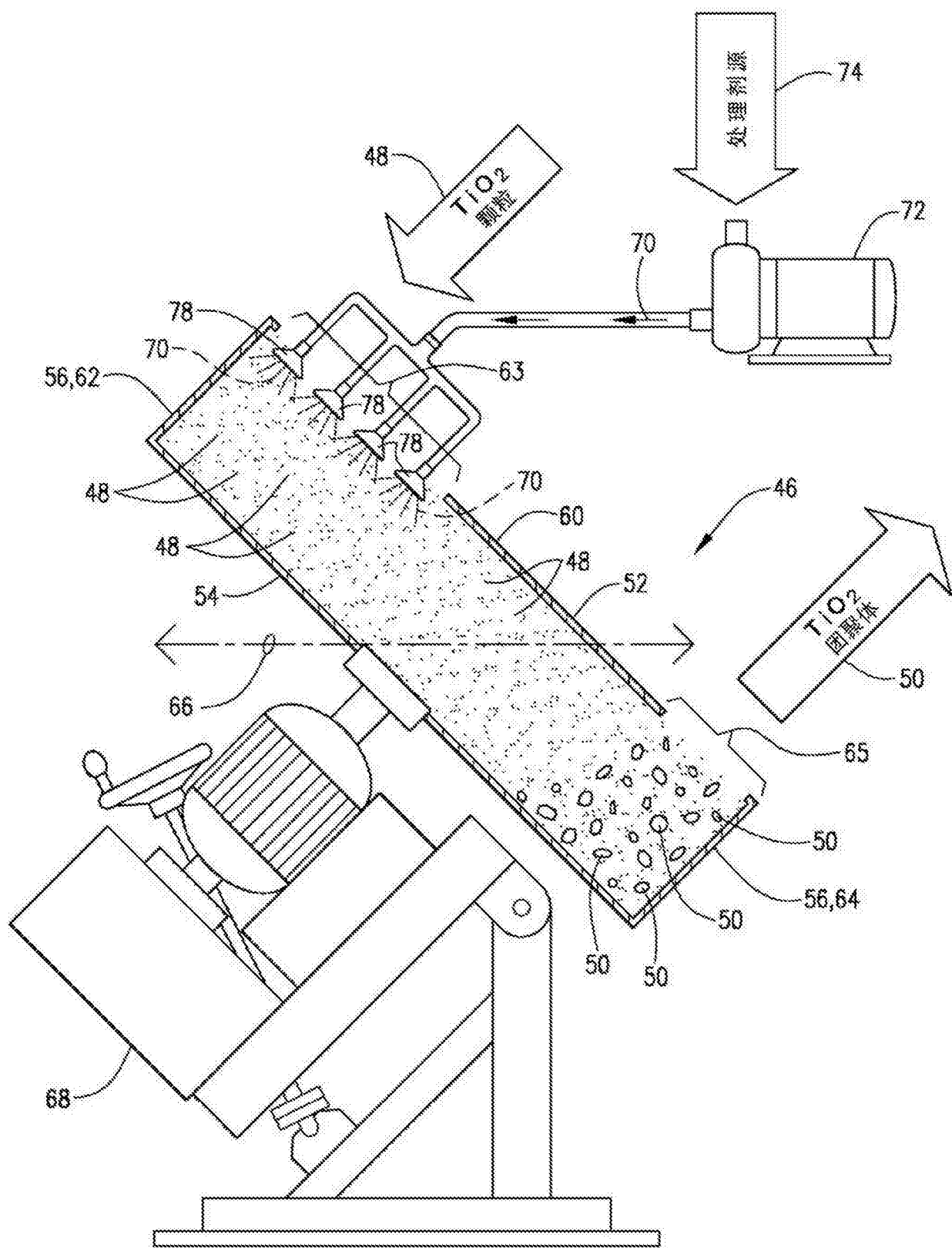


图5

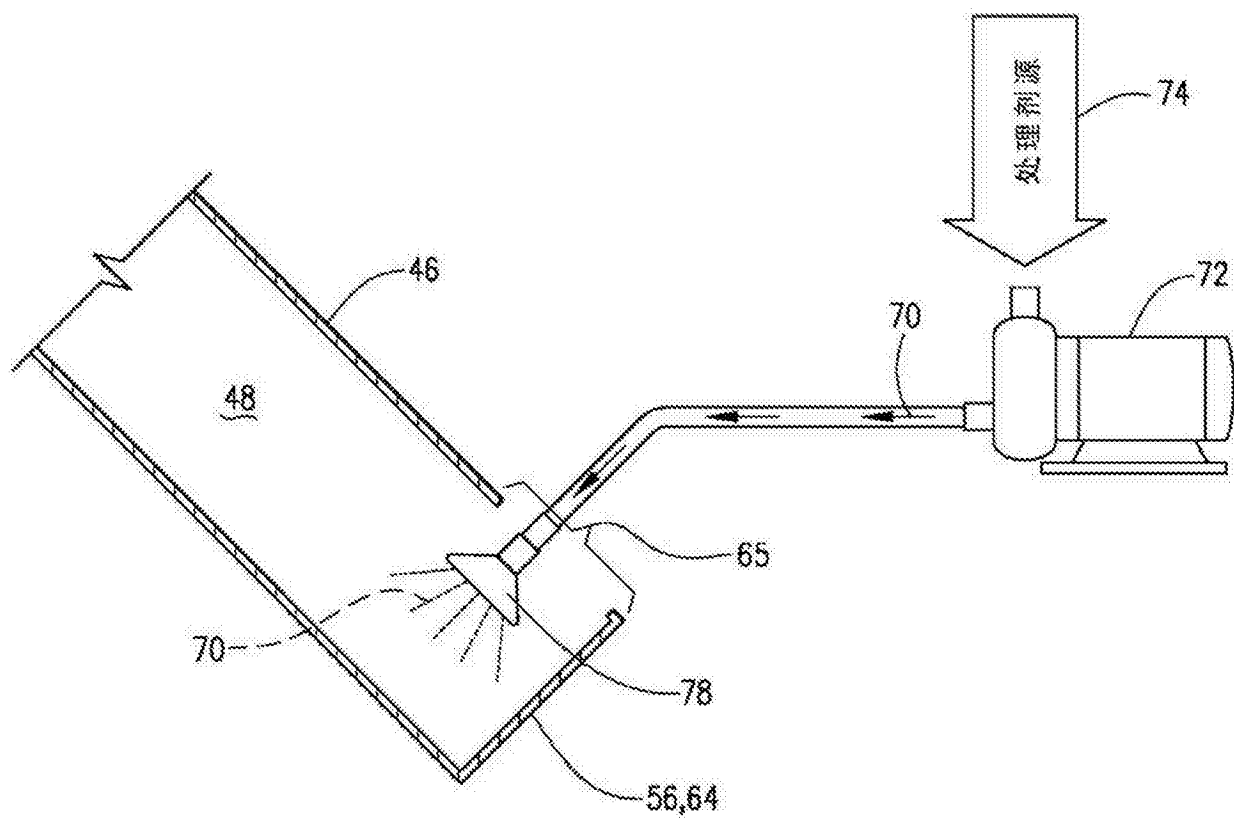


图6