

修正
補充
87.10.15

公告本

420709

申請日期	86.02.14
案 號	86101741
類 別	109 B 67/60

A4

C4

中文說明書修正頁(87年10月)

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	製造改良之低塵自由流動顏料之方法
	英 文	"PROCESS FOR PREPARING AN IMPROVED LOW-DUSTING, FREE-FLOWING PIGMENT"
二、發明 創作人	姓 名	1. 約翰 E. 哈考 2. 菲利普 M. 史拓里 3. 詹姆士 W. 考夫曼 4. 肯里 A. 格林
	國 籍	美國
三、申請人	住、居所	1. 美國奧克拉荷馬州歐卡奇市郵箱42魯特路2號 2. 美國奧克拉荷馬州尤肯市西曼莫里爾路13225號 3. 美國奧克拉荷馬州艾德蒙市紅艾格帕斯路13104號 4. 美國奧克拉荷馬州艾德蒙市查帕拉巷1925號
	姓 名 (名稱)	美商克爾瑪基化學LLC公司
	國 籍	美國
	住、居所 (事務所)	美國奧克拉荷馬州奧克拉荷馬市羅伯S.克爾大道123號
	代 表 人 姓 名	W. P. 伍德華

裝

訂

線

420709

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6
B6

本案已向：

美 國 (地 區) 申請專利，申請日期：1996.2.16 案號：08/602,429，☐有 ☐無主張優先權

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

五、發明說明(1)

發明之背景1. 發明之領域

本發明係關於一種使用於塗料及塑膠組合物之低塵、自由流動之分散性顏料之製造方法，以及因此所產生之顏料。更明確言之，本發明係關於無機顏料之水性研磨、表面處理、及噴霧乾燥，以無需經由昂貴的微粒化步驟即可達到低塵及良好的分散性。再明確言之，本發明係關於在將砂磨二氧化鈦顏料進行噴霧乾燥前，以表面活性劑處理該顏料，以無需進行微粒化或射流磨，而同時仍能在聚烯烴樹脂中保持良好的加工性及分散性。

2. 先前技藝之說明

一般被製造並使用於塗料、塑膠、或紙類工業中之二氧化鈦顏料及其他之無機顏料通常係呈微細分割粉末之形式。此粉末通常係以射流磨、或微粒化作為其製造過程之最終步驟。射流磨有助於分散性及光澤度，但其亦係一能源密集且昂貴之步驟。射流磨粉末天性多塵且流動特性差。雖然可由噴霧乾燥製得具低塵量之自由流動粉末，但此等粉末一般所展現出之顏料性質不佳。因此，顏料之最終使用者一般必需在顏料性質不佳之自由流動、低塵的噴霧乾燥顏料與流動特性差之多塵的射流磨顏料之間作選擇。

在技藝中已知可藉由對顏料進行表面處理，而在塑膠組合物中獲得改良的性能特性。舉例來說，美國專利第4,986,853號發表以單羧酸或環己酮縮合物樹脂及塑化劑包覆薄片形的珠光顏料，以改良流動性並減少塵量之產生。

五、發明說明(2)

另外，美國專利第4,762,523號發表以聚酯表面活性劑包覆潮濕顏料，然後再於顏料中加入礦物油或蠟，並施加強烈的剪應力，以獲得自由流動且永久無塵之顏料。在美國專利第4,563,221號中，二氧化鈦顏料係包覆以異硬脂酸、十二基苯磺酸、及陽離子型乳化劑之組合，然後再行噴霧乾燥，未經微粒化，而改良流動性並減少塵量之產生。同樣地，在美國專利第3,660,129號中，係以含水氧化物包覆二氧化鈦顏料，然後再經砂磨及噴霧乾燥而改良流動性。

將顏料進行表面處理或包覆以改良加工性之另外的例子包括發表於美國專利第4,514,231號中之包覆方法。此篇專利教授以有機矽乳化化合物包覆氧化物或矽酸鹽填料，然後再行噴霧乾燥，以改良填料之增強性質。同樣地，美國專利第4,909,853號教授以磺基琥珀酸酯表面活性劑水性包覆有機顏料及／或碳黑，接著再行噴霧乾燥，以改良顏料於熱塑塑膠中之分散性。並且，美國專利第4,464,203號發表以胺及環氧乙烷嵌段共聚物表面活性劑處理無機或有機顏料，以改良顏料分散性及於各種用途中之其他性質。美國專利第4,156,616號發表以長鏈胺與具有芳香基團之陰離子表面活性劑之環氧烷加成產物處理無機及／或有機顏料，以改良分散性。

在美國專利第4,056,402號中，將無機或有機顏料之水性料漿在非離子型聚醚醇分散劑及非離子型纖維素醚之存在下進行研磨，而降低塵量並改良分散性。並且，在美國專利第3,947,287號中，係將水性有色的無機及有機顏料包覆

五、發明說明(3)

以聚羥基化合物與保水劑之反應產物，以改良穩定性及性能。美國專利第3,925,095號教授以羥烷基化烷二胺分散劑處理無機顏料或填料，以改良在各種用途中之流動性及分散性。

顏料表面處理及包覆方法之其他例子包括說明於美國專利第4,375,520號中之處理方法。此篇專利教授經由將顆粒以包含固態低分子量聚合物及液態聚合物質諸如環氧化大豆油之組合物，在高於聚合物熔點之溫度下進行處理，而製造出包括顏料之無塵顆粒。另外，美國專利第4,127,421號發表將含鉻酸鉛之顏料以脆性的煙類樹脂及陽離子型表面活性劑進行水性處理，而製造出自由流動的無塵顆粒。

在美國專利第4,599,114號中，係以由二元胺、羧酸、及脂肪酸所反應生成之表面活性劑處理二氧化鈦之水性料漿，而改良在各種用途中之顏料分散性及加工性。美國專利第5,228,912號教授以聚丙烯酸酯、聚甲基丙烯酸酯、或其鹽對平板形之顏料進行表面處理，以改良在塗料與印刷油墨中之分散性。另外，美國專利第5,199,986號發展一種方法，其中先前經噴霧乾燥之無機顏料顆粒被水及硼、鋁、矽、鈦、鋅、黃銅、或錫之鹽的溶液包覆，以改良加工性並減少塵量之產生。

美國專利第5,266,622號教授無機或有機顏料或填料之水性分散物之製造，其中顏料或填料被水溶性聚合物、非離子型環氧烷加成物、及其他之分散劑包覆，以改良流動性並增加顏料分散之穩定性。同樣地，美國專利第4,186,028

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

泉

五、發明說明(4)

號教授以膾羧酸及／或膾羧酸鹽包覆各種顏料及填料，而製造出流質、分散性的水性填料或顏料分散物。

前述之專利沒有一者提及或教授包括研磨水性顏料料漿，以處理劑處理料漿、及將料漿行噴霧乾燥之方法，其係本申請案之主題。

發明之概述

本發明提供一種製造顏料之方法，其特徵在於改良的流動性、低塵量之產生、及良好的分散性，且沒有能源密集及昂貴的微粒化步驟。在此方法中，將至少一種處理劑沈積於已研磨過之呈水性料漿之顏料上，其中此顏料以無機顏料較佳。此處理料漿接著行噴霧乾燥以供最終用途使用，而未經射流磨或微粒化。

較佳具體實例之說明

可進行說明於後之處理方法，以提供本發明之改良顏料的顏料包括任何已知及使用於表面塗覆(例如塗料)及塑膠工業中之白色或有色、不透明或非不透明之粒狀顏料(或礦物顏料)。為配合本說明，術語顏料係廣義地用以定義天生為粒狀，使用中不揮發，且典型上最常被稱為惰性物、填料、增量劑、補強性顏料等等之材料，其以無機顏料較佳。

可進行本文所述之處理以提供本發明之改良顏料之代表性但非限制性之顏料的例子包括白色不透明顏料，諸如二氧化鈦、鹼式碳酸鹽白鉛粉、鹼式硫酸鹽白鉛粉、鹼式矽酸鹽白鉛粉、硫化鋅、氧化鋅、硫化鋅和硫酸鋇之複合顏料，氧化銻等等；白色增量劑顏料，諸如碳酸鈣、硫酸鈣

五、發明說明(5)

、瓷土及高嶺黏土、雲母、矽藻土；及有色顏料，諸如氧化鐵、氧化鉛、硫化鎘、硒化鎘、鉻酸鉛、鉻酸鋅、鈦酸鎳、氧化鉻等等。在所有可用於製造本發明之改良顏料的顏料中，最佳之顏料係二氧化鈦。

一般而言，配合本發明方法用之較佳的二氧化鈦顏料可為銳鈦礦或金紅石晶體結構或其組合。此顏料可經由各種熟悉技藝人士熟知之已知商業方法而製得，但該方法並不構成本發明之任何部分。因此，特定的顏料可經由熟知的硫酸鹽法或熟知的氣相氧化法而製得。硫酸鹽法典型上包括以硫酸澀濾含鈦礦石以產生硫酸鈦溶液，水解硫酸鈦以生成二氧化鈦沈澱物，及將此沈澱物在適當添加劑之存在下煅燒，以在最終煅燒出之二氧化鈦產物中培植出期望晶體結構之步驟。在氣相氧化法中，係將鹵化鈦，諸如四氯化鈦，在氣相中於高溫下氧化，以製造出一般所稱之原二氧化鈦。然後將此原熱解二氧化鈦產物回收，進行研磨及分級操作，接著再進行將各種含水金屬氧化物塗料沈積於顏料上之處理，並進行最終之研磨步驟，而提供期望粒度之顏料。

典型上，最終之研磨步驟包括應用流體能量研磨技術(fluid energy milling techniques)。此等技術涉及將顏料輸送通過研磨裝置，諸如發表於美國專利第2,032,827及2,219,011號中之流體能量研磨機，利用由研磨流體之射流所產生之一或多種氣態流，諸如空氣或蒸汽，而造成個別顏料粒子間之碰撞，及因此而造成此等粒子大小之減小。

五、發明說明(6)

在流體能量研磨之過程中，可將各種添加劑材料併入顏料中，以改良顏料之研磨，如發表於美國專利第3,531,310號中者；或者提升所得研磨顏料之特定的化學、物理、及光學性質，如發表於美國專利第4,752,340號中者。此等添加劑材料之代表實例包括多元醇，諸如甘油、異戊四醇三甲醇基乙烷、三甲醇基丙烷等等；脂肪酸，諸如油酸、硬脂酸等等；三烷基醇胺，諸如三乙醇胺等等；以及胺鹽，諸如丙二酸三乙醇胺酯、琥珀酸三異丙醇胺脂等等。

在某些顏料，尤其是二氧化鈦之製造中，很難製造出低塵、自由流動、密實且易分散於塗料及塑膠熔融物中之產品。如前所述，普通經製造並使用於塗料、塑膠及紙類工業中之二氧化鈦顏料，一般係呈微細分割粉末之形式。此等粉末在其製造過程中通常係以射流磨或微粒化作為最終步驟。此種研磨有助於分散性及光澤度，但係一能源密集且因此係昂貴之步驟。此種粉末天性多塵且流動特性不佳。具低塵量之自由流動粉末可由噴霧乾燥之先前技藝方法製得，然而此等粉末之顏料性質不佳。

已發現由本發明方法製得之顏料展現良好的光學和分散性質以及低塵和自由流動之性質，其並未併入能源密集且昂貴之微粒化步驟。由本發明方法而得之產品係低塵、自由流動、密實、既親油或疏水且親水，且易分散於塗料及塑膠配方中。

本方法特別適用於二氧化鈦顏料，但亦同樣有助於其他使用於塗料及塑膠中之顏料無機氧化物。所使用之表面處

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

康

五、發明說明(7)

理劑可包括範圍相當廣之一般包含親水或疏水端或同時包含兩者之物質，或親水及疏水劑之摻混物。親水端可包含，但並不限於，羧基、磷酸鹽、硫酸鹽、醇、或胺基。疏水基可包含，但並不限於，脂鏈基、矽烷及矽氧烷基。

表面處理劑之功用在於防止分散粒子於乾燥過程中膠合起來。此處理劑亦可促進處理過程中於液相中之絮凝，以使產物可進行過濾及洗滌。此處理劑在方法中尚提供於乾燥產物中作為黏合劑之第三種功用，以同時降低成塵並使生成丸、珠或球而促進自由流動性質。

雖然噴霧乾燥係較佳之乾燥方法，但亦可使用其他之乾燥設備以製得自由流動之產品，其包括，但不限於，凝聚器、流體床乾燥器、帶式乾燥機、具有旋轉霧化器之噴霧乾燥機、具有噴嘴霧化器之噴霧乾燥機、或具有噴嘴霧化器之噴霧塔或以上乾燥技術之組合或者其他可用於乾燥二氧化鈦之乾燥技術。

本發明之方法係產生低塵、自由流動之顏料，其並未進行任何微粒化處理，且其包括以下之步驟：提供一種顏料材料，提供一種水之來源，形成顏料及水之微細、分散良好的料漿，研磨此料漿，將處理劑沈積於料漿化之研磨顏料上，並乾燥此有處理劑沈積於其上之顏料材料。此顏料材料最好係一無機顏料材料，且以二氧化鈦較佳。處理劑最好係以佔顏料材料重量自約0.3重量百分比至約3.0重量百分比之量沈積於顏料材料上。以沈積自約0.5百分比至約1.0百分比之量的處理劑較佳，及約0.8百分比之量最佳。

五、發明說明(8)

此料漿最好包含自約10重量百分比至約70重量百分比之顏料材料。而此料漿以包含自約30重量百分比至約60重量百分比之顏料材料較佳，及此料漿以包含約50重量百分比之顏料材料最佳。

雖然研磨步驟可以任何一種供顏料用之已知研磨設備進行，但較佳之設備為砂磨機。

本發明之方法可包括當於料漿中時，以金屬氧化物包覆顏料之步驟。此金屬氧化物最好係選自包括 Al_2O_3 、 SiO_2 、及 ZrO_2 。此以金屬氧化物包覆顏料之程序以產生自約0.25百分比至約1.5百分比之金屬氧化物的塗層較佳。

處理劑最好係選自包括陰離子、陽離子、及非離子型表面活性劑。在處理劑係陰離子表面活性劑之情況下，沈積步驟中之pH最好係由約1.5至約7.5，此pH以由約2.5至約5.5較佳，及此沈積步驟之最佳的pH為約3.5。當處理劑係陽離子表面活性劑時，沈積步驟之pH最好係由約4.5至約11.5。在處理劑係非離子型表面活性劑之情況下，沈積步驟之pH最好係由約1.5至約11.5。

料漿化步驟最好係在自約10°C至約90°C之溫度下進行，以自約25°C至約80°C較佳，及在約60°C之溫度下最佳。

將處理劑沈積於料漿化研磨顏料上之步驟最好係進行自約5分鐘至約60分鐘之時間，以自約5分鐘至約30分鐘之時間較佳，及此沈積步驟以進行約5分鐘之時間最佳。

可有效地用於本方法中以提供改良性質顏料之處理劑包括彼等具有化學式 $ROOCCHSO_3MCH_2COOR'$ 之化合物，其

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

泉

五、發明說明(9)

中R及R'係包含約2至約20個碳原子之單價烷基基根，以自約4至約14個碳原子較佳，及約8個碳原子最佳，且其中M係金屬單價陽離子，以鈉最佳。在此化學式中之單價烷基基根R及R'，可為直鏈或分支鏈之烷基基根。R與R'可相同，但並不一定得相同。此等基根之代表實例包括甲基、乙基、正丙基、異丁基、正戊基、異戊基、正己基、辛基、十三基基根等等。非限制性實例為可有效地用於製備本發明之改良顏料之磺基琥珀酸二烷基酯處理劑，其包括磺基琥珀酸二辛酯鈉、磺基琥珀酸二異丁酯鈉、磺基琥珀酸雙(十三酯)鈉、磺基琥珀酸二己酯鈉等等。

用於處理前述顏料之處理劑的量將係足以提供處理顏料之量，該顏料尤其係二氧化鈦顏料，其雖未進行任何微粒化處理，但仍展現與已進行昂貴之微粒化處理之顏料相等或者更大之低塵及自由流動性質。概括而言，處理劑之用量將係佔顏料重量之自約0.3至約3.0重量百分比之範圍內，以自約0.5至約1.0重量百分比之範圍的量較佳，及約0.8重量百分比最佳。

所得之處理無機顏料可容易並均勻地使用於相當廣範圍之塗料及塑膠配方中。其包括熟知類型之塑膠，諸如聚烯烴樹脂、丙烯酸系樹脂、聚酯樹脂、聚醯胺樹脂、環氧樹脂、酚樹脂、聚(乙烯基芳香)樹脂、聚(鹵乙烯)樹脂、聚碳酸酯樹脂、聚胺基甲酸酯樹脂等等。此各種不同類別之熱塑樹脂之代表性但非限制性之例子包括：聚烯烴樹脂諸如聚乙烯、聚丙烯等等；丙烯酸系樹脂諸如聚(丙烯酸)、聚(

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (10)

甲基丙烯酸)、聚(丙烯酸甲酯)、聚(甲基丙烯酸甲酯)等等；聚酯樹脂諸如聚(對苯二甲酸乙二酯)、聚(對苯二甲酸丁二酯)等等；聚醯胺樹脂諸如耐綸-6及耐綸-6,6等等；環氧樹脂諸如聚(環氧氯丙烷/雙酚A)等等及其酯類，諸如彼等以脂肪酸、樹脂酸、妥爾油酸(tall oil acid)或其混合物酯化聚(環氧氯丙烷/雙酚A)而製備得者；酚樹脂諸如彼等由甲醚與酚、間苯二酚、甲酚、對苯酚等等反應而得者；聚(乙烯基芳香)樹脂諸如聚苯乙烯及其共聚物，諸如聚(苯乙烯-丙烯腈)、聚(苯乙烯-丁二烯-丙烯腈)等等；聚(鹵乙烯)樹脂諸如聚(氯乙烯)、聚(氯乙烯/偏二氯乙烯)等等；聚碳酸酯樹脂諸如彼等經由光氯化二羥基脂鏈或芳香單體諸如乙二醇、丙二醇、雙酚A(即4,4'-異亞丙基二酚)等等，或者經由以碳酸二苯酯對雙酚A進行鹼催化酯交換以製得雙酚A聚碳酸酯所達成者；以及聚胺基甲酸酯樹脂，其係由雙-或多官能羥基化合物諸如二元醇或羥基封端聚酯及聚醚與雙-或多官能二異氰酸酯反應所製得者。

可直接加入上述塑膠之本發明處理顏料之量，根據此等樹脂設計用途之不同，而可有相當大之變化。因此，薄形薄膜有時將需要非常高之顏料含量，然而厚的塗料可能只需要相當小的百分比。因此，處理顏料之用量範圍，以熱塑樹脂之重量計，可自小至約1重量百分比至大至約80重量百分比。

在本發明之另一具體實例中，本發明之處理無機顏料在製造熱塑性塑料母料中展現特別之效用。概括而言，此等

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

東

五、發明說明(11)

熱塑性塑料母料將包括構成熱塑樹脂之連續相及構成本發明之處理無機顏料之分散相。此連續相可包括任何以上所述之熱塑樹脂，包括聚烯烴樹脂、丙烯酸系樹脂、聚酯樹脂、聚醯胺樹脂、環氧樹脂、酚樹脂、聚(乙烯基芳香)樹脂、聚(鹵乙烯)樹脂、聚碳酸酯樹脂、聚胺基甲酸酯樹脂等等。

在製備可有效配合本發明使用之熱塑性塑料母料時，併入於熱塑樹脂連續相中之顏料量可有相當大之變化。一般而言，此量將視在使用此等熱塑性塑料母料作為染色劑之最終或完工終產品中所期望或需要之著色程度，以及用於將熱塑性塑料母料沖淡、稀釋或溶解在用於產生最終或完工終產品之熱塑樹脂中之加工設備之效率而異。概括而言，此熱塑性塑料母料所包含之處理顏料對其所分散之熱塑樹脂之重量比可在約0.5:1至約5:1之範圍內。在此等範圍內，本發明之處理顏料可容易且均勻地分散或分佈於整個用作所產生之熱塑性塑料母料之連續相的熱塑樹脂中。

本發明經由以下之實施例而作進一步之描述及說明。此等實施例呈現本發明之特定具體實例，其不應被解釋為限制性者。

實施例1

將具有81百分比通過0.49微米篩網之級別及約42百分比固體之 TiO_2 砂磨出料之料漿，於方向向上之噴嘴霧化器中行噴霧乾燥。乾燥氣體係逆流於噴霧方向而供給。入口氣體溫度為 400°C ，出口氣體溫度為 165°C 。料漿pH係約10且係於室溫下。使用SF 1.3型之噴嘴，以365磅/平方吋

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

原

五、發明說明 (12)

(psig)之進料壓力於將料漿噴於乾燥器中。乾燥空氣之速率係3,150磅/小時。

噴霧乾燥產物之水份含量為0.19百分比。此噴霧乾燥產物分別具有10百分比、50百分比、及90百分比通過45微米、100微米、及154微米之篩網的粒子大小分佈。TOC、 Na_2SO_4 、 NaCl 、自由 Cl^- 、及 Al_2O_3 之含量分別為0.03、0.05、0.25、0.15、及0.76百分比。pH及比電阻為9.7及1,375歐姆/公分。傾瀉及敲緊(tapped)密度為1.01及1.06克/立方公分。此噴霧乾燥粉末係自由流動且低塵。

接著將此噴霧乾燥粉末以75百分比重量之配入量摻混入低密度聚乙烯中，至於布拉本德(Brabender)扭矩流變儀中達平衡扭矩值為止。此平衡扭矩為3,320米-克。試驗結束時之塑膠原料溫度為176°C。達平衡扭矩之總能量為15,493仟米-克。

此先前技藝方法之乾燥產物，在未經微粒化之情況下，產生相當高之平衡扭矩。利用有機研磨助劑諸如TME或TMP，在約1.5之蒸汽:顏料比之下將此產物微粒化，可將在LDPE中為75百分比配入量之平衡扭矩降至約1,400-1,500米-克。典型上，較低的平衡扭矩值表示較佳的塑膠加工性能。

此先前技藝由於須要微粒化以達到可接受的平衡扭矩值，因此需要額外的處理，而使方法成本較高。

實施例2

將232磅之 TiO_2 砂磨出料料漿以磺基琥珀酸二辛酯鈉於

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

原

五、發明說明 (13)

60加侖之攪拌反應槽中進行處理。此砂磨出料之 TiO_2 具有大於95百分比通過0.5微米篩網之級別。料漿密度為36.8百分比之固體，且起始pH為9.3。利用蒸汽將料漿加熱至60℃，並充分攪拌，以產生輕微的渦流。

將350毫升之濃HCl酸於數分鐘內加入，以使料漿pH降至3.4。然後再將1.87磅之磺基琥珀酸二辛酯鈉於數分鐘內加入。由於 TiO_2 之絮凝，以致料漿黏度幾乎立即增加；於此同時提高攪拌，以產生輕微的渦流。使磺基琥珀酸二辛酯鈉反應5分鐘，然後將料漿抽送入55加侖之滾筒中並予以冷卻。 TiO_2 於15分鐘內自36.8百分比固體，沈降至約49百分比固體。

將料漿調整至42.7百分比固體，並經由方向向上之噴嘴霧化器行噴霧乾燥。乾燥劑係逆流於噴霧方向而供給。料漿之pH及溫度係為4.0及室溫。入口乾燥氣體之溫度為450℃，出口氣體之溫度為160℃。使用SG 1.4型之噴嘴，以500磅/平方吋之進料壓力於將料漿噴於乾燥器中。乾燥空氣之速率係3,061磅/小時。

噴霧乾燥產物之水份含量為0.28百分比。此噴霧乾燥產物分別具有10百分比、50百分比、及90百分比通過38微米、98微米、及180微米之篩網的粒子大小分佈。磺基琥珀酸二辛酯鈉、TOC、 Na_2SO_4 、 NaCl 、自由 Cl^- 、及 Al_2O_3 之含量分別為0.81、0.46、0.06、0.16、0.16、及0.98百分比。pH及比電阻為5.3及1,936歐姆/公分。傾瀉及敲緊密度為0.91及1.00克/立方公分。此噴霧乾燥粉末係自由流動

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (14)

且低塵。

接著將此噴霧乾燥粉末以75百分比重量之配入量摻混入低密度聚乙烯中，而產生約1,340米-克之平衡扭矩值。試驗結束時之塑膠原料溫度為123°C。達平衡扭矩之總能量為4,679仟米-克。此較低的原料溫度、平衡扭矩、及總能量顯示此產物在聚乙烯中加工良好。除此之外，並不需要將產物微粒化，以達到可接受的平衡扭矩。故由於不需微粒化，因此方法成本較低；且由於此噴霧乾燥產品保有高的傾瀉密度，因此包裝及貯存成本較低。

實施例3

將241磅之 TiO_2 砂磨出料料漿以磺基琥珀酸二辛酯鈉於60加侖之攪拌反應槽中進行處理。此砂磨出料 TiO_2 之級別係有大於95百分比通過0.5微米之篩網。料漿密度為36.8百分比之固體，且起始pH為9.3。利用蒸汽將料漿加熱至60°C，並充分攪拌，以產生輕微的渦流。

將6.22磅之1.46克/立方公分之鋁酸鈉於5分鐘內加至料漿中，以使pH增加至11.2。在將1.975毫升之濃HCl酸於數分鐘內加入之前，使鋁酸鈉反應15分鐘。於pH降至3.6後，將2.94磅之磺基琥珀酸二辛酯鈉於數分鐘內加入。料漿黏度由於 TiO_2 之絮凝而幾乎立即增加，於此同時提高攪拌，以產生輕微的渦流。使磺基琥珀酸二辛酯鈉反應5分鐘，然後將料漿抽送入55加侖之滾筒中並予以冷卻。

將料漿調整至33.9百分比固體，並經由方向向上之噴嘴霧化器行噴霧乾燥。乾燥氣體係逆流於噴霧方向而供給。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

泉

五、發明說明 (15)

料漿之pH及溫度係為4.0及室溫。入口乾燥氣體之溫度為430°C，出口氣體之溫度為163°C。使用SG1.2型之噴嘴，以500磅/平方吋之進料壓力於將料漿在乾燥器內進行噴霧。乾燥空氣之速率係2,973磅/小時。

噴霧乾燥產物之水份含量為0.36百分比。此噴霧乾燥產物分別具有10百分比、50百分比、及90百分比通過45、99、及147微米之篩網的粒子大小分佈。磺基琥珀酸二辛酯鈉、TOC、 Na_2SO_4 、 NaCl 、自由 Cl^- 、及 Al_2O_3 之含量分別為1.18、0.67、0.03、1.16、0.89、及1.51百分比。pH及比電阻為5.1及408歐姆/公分。傾瀉及敲緊密度為0.83及0.89克/立方公分。此噴霧乾燥粉末係自由流動且低塵。

將此噴霧乾燥粉末以75百分比重量之配入量摻混入低密度聚乙烯中，而產生約1,440米-克之平衡扭矩值。試驗結束時之塑膠原料溫度為130°C。達平衡扭矩之總能量為5,491仟米-克。並不需要將產物微粒化，以達到令人滿意的平衡扭矩。

1,400米-克之平衡扭矩顯示此處理過之 TiO_2 在塑膠中具有優良的加工性，以及經由氧化鋁塗膜而增加耐用度之好處。

故由於不需微粒化，因此方法成本較低；且由於此噴霧乾燥產品保有高的傾瀉密度，因此包裝及貯存成本較低。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

四、中文發明摘要(發明之名稱：製造改良之低塵自由流動顏料之方法)

本發明方法係關製備低塵、自由流動顏料，該顏料未經粉碎處理，且本發明亦關經該方法製得之顏料。該方法包括於水中形成該顏料之經分散漿料、研磨該漿料，且塗覆一處理劑於該顏料上。該漿料接續係經乾燥以製得一顏料，由於該顏料上經該處理劑塗覆，故該顏料係低塵且自由流動的。該處理劑係選自具式 $\text{ROOCCHSO}_3\text{MCH}_2\text{COOR}'$ 之化合物，其中 R 及 R' 係具有約 2 至約 20 個碳原子之單價烷基基團且 M 係金屬單價陽離子。

英文發明摘要(發明之名稱："PROCESS FOR PREPARING AN IMPROVED LOW-DUSTING, FREE-FLOWING PIGMENT")

A process for preparing low dusting, free flowing pigments that have not been subjected to micronizing treatments and the pigments produced by the process. The process comprises forming a dispersed slurry of the pigment in water, milling the slurry, and depositing a treating agent on the pigment. The slurry is subsequently dried to produce a pigment that is low dusting and free flowing as a result of having had the treating agent deposited on the pigment. The treating agents are selected from compounds having the formula $\text{ROOCCHSO}_3\text{MCH}_2\text{COOR}'$, wherein R and R' are monovalent alkyl radicals having from about 2 to about 20 carbon atoms and M is a metallic monovalent cation.

420709

第 86101741 號專利申請案
中文申請專利範圍修正本(88年8月)

88. 8. -5

A8

B8

C8

D8

充

六、申請專利範圍

公 告 本

1. 一種製造低壓、自由流動顏料之方法，其並未進行任何微粒化處理，且其包括以下之步驟：
 - a. 提供一種顏料材料；
 - b. 提供一種水之來源；
 - c. 形成顏料及水之微細、分散良好的料漿；
 - d. 研磨此料漿；
 - e. 將處理劑沈積於料漿化之研磨顏料上，該處理劑具有 $\text{ROOCCHSO}_3\text{MCH}_2\text{COOR}'$ 之化學式，其中 R 及 R' 係具有自 2 至 20 個碳原子之單價烷基基根，及 M 係為金屬單價陽離子；以及
 - f. 將此有處理劑沈積於其上之顏料材料進行乾燥。
2. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中 R 及 R' 各係具有自 4 至 14 個碳原子之單價烷基基根。
3. 根據申請專利範圍第 2 項之方法，其中 R 及 R' 各係具有 8 個碳原子之單價烷基基根，及 M 係為鈉。
4. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該處理劑係為磺基琥珀酸二辛酯鈉。
5. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該顏料材料係為無機顏料材料。
6. 根據申請專利範圍第 5 項之方法，其中該顏料材料係為二氧化鈦。
7. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中在步驟(e)中，該處理劑係以由該顏料材料之重量計，係自 0.3 百分比至 3.0 百分比(以重量計)範圍內之量沈積於該顏料材料上。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

六、申請專利範圍

8. 根據申請專利範圍第7項之方法，其中在步驟(e)中，該處理劑係以由該顏料材料之重量計，係自0.5百分比至1.0百分比(以重量計)之量沈積於該顏料材料上。
9. 根據申請專利範圍第8項之方法，其中在步驟(e)中，該處理劑係以由該顏料材料之重量計，係為0.80重量百分比之量沈積於該顏料材料上。
10. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該於步驟(c)中形成之料漿包含自10百分比至70百分比(以重量計)之顏料材料。
11. 根據申請專利範圍第10項之方法，其中該於步驟(c)中形成之料漿包含自30百分比至60百分比(以重量計)之顏料材料。
12. 根據申請專利範圍第11項之方法，其中該於步驟(c)中形成之料漿包含50重量百分比之顏料材料。
13. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中研磨步驟(d)係於砂磨機中進行。
14. 根據申請專利範圍第1項之方法，其包括以金屬氧化物包覆於步驟(c)中形成之料漿中之顏料之步驟。
15. 根據申請專利範圍第14項之方法，其中該金屬氧化物係選自包括 Al_2O_3 、 SiO_2 、及 ZrO_2 。
16. 根據申請專利範圍第14項之方法，其中該金屬氧化物塗膜係存在自0.25百分比至1.5百分比(以重量計)之量。
17. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該處理劑係為陰離子表面活性劑。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

六、申請專利範圍

- v18. 根據申請專利範圍第17項之方法，其中沈積步驟(e)之pH係自1.5至7.5。
19. 根據申請專利範圍第18項之方法，其中沈積步驟(e)之pH係自2.5至5.5。
20. 根據申請專利範圍第19項之方法，其中沈積步驟(e)之pH係為3.5。
21. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該處理劑係為陽離子表面活性劑。
22. 根據申請專利範圍第21項之方法，其中沈積步驟(e)之pH係自4.5至11.5。
23. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該處理劑係為非離子型表面活性劑。
24. 根據申請專利範圍第23項之方法，其中沈積步驟(e)之pH係自1.5至11.5。
25. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中步驟(c)係在自10℃至90℃之溫度下進行。
26. 根據申請專利範圍第25項之方法，其中步驟(c)係在自25℃至80℃之溫度下進行。
27. 根據申請專利範圍第26項之方法，其中步驟(c)係在60℃之溫度下進行。
28. 根據申請專利範圍第14項之方法，其中沈積步驟(e)係進行自5分鐘至60分鐘之時間。
29. 根據申請專利範圍第28項之方法，其中沈積步驟(e)係進行自5分鐘至30分鐘之時間。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

六、申請專利範圍

30. 根據申請專利範圍第29項之方法，其中沈積步驟(e)係進行5分鐘之時間。
31. 一種由根據申請專利範圍第1項之方法所製得之低塵、自由流動、非微粒化之顏料。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

三
裝

訂

修正
補充

公告本

420709

申請日期	86.02.14
案號	86101741
類別	109 B 67/60

A4

C4

中文說明書修正頁(87年10月)

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	製造改良之低塵自由流動顏料之方法
	英 文	"PROCESS FOR PREPARING AN IMPROVED LOW-DUSTING, FREE-FLOWING PIGMENT"

二、發明 人	姓 名	1. 約翰 E. 哈考 2. 菲利普 M. 史拓里 3. 詹姆士 W. 考夫曼 4. 肯里 A. 格林
	國 籍	美國
	住、居所	1. 美國奧克拉荷馬州歐卡奇市郵箱42魯特路2號 2. 美國奧克拉荷馬州尤肯市西曼莫里爾路13225號 3. 美國奧克拉荷馬州艾德蒙市紅艾格帕斯路13104號 4. 美國奧克拉荷馬州艾德蒙市查帕拉巷1925號

三、申請人	姓 名 (名稱)	美商克爾瑪基化學LLC公司
	國 籍	美國
	住、居所 (事務所)	美國奧克拉荷馬州奧克拉荷馬市羅伯S.克爾大道123號
	代 表 人 姓 名	W. P. 伍德華

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

四、中文發明摘要(發明之名稱：製造改良之低塵自由流動顏料之方法)

本發明方法係關製備低塵、自由流動顏料，該顏料未經粉碎處理，且本發明亦關經該方法製得之顏料。該方法包括於水中形成該顏料之經分散漿料、研磨該漿料，且塗覆一處理劑於該顏料上。該漿料接續係經乾燥以製得一顏料，由於該顏料上經該處理劑塗覆，故該顏料係低塵且自由流動的。該處理劑係選自具式 $\text{ROOCCHSO}_3\text{MCH}_2\text{COOR}'$ 之化合物，其中 R 及 R' 係具有約 2 至約 20 個碳原子之單價烷基基團且 M 係金屬單價陽離子。

英文發明摘要(發明之名稱："PROCESS FOR PREPARING AN IMPROVED LOW-DUSTING, FREE-FLOWING PIGMENT")

A process for preparing low dusting, free flowing pigments that have not been subjected to micronizing treatments and the pigments produced by the process. The process comprises forming a dispersed slurry of the pigment in water, milling the slurry, and depositing a treating agent on the pigment. The slurry is subsequently dried to produce a pigment that is low dusting and free flowing as a result of having had the treating agent deposited on the pigment. The treating agents are selected from compounds having the formula $\text{ROOCCHSO}_3\text{MCH}_2\text{COOR}'$, wherein R and R' are monovalent alkyl radicals having from about 2 to about 20 carbon atoms and M is a metallic monovalent cation.

420709

第 86101741 號專利申請案
中文申請專利範圍修正本(88年8月)

88. 8. -5

A8

B8

C8

D8

正

D

D

D

D

六、申請專利範圍

公 告 本

1. 一種製造低壓、自由流動顏料之方法，其並未進行任何微粒化處理，且其包括以下之步驟：
 - a. 提供一種顏料材料；
 - b. 提供一種水之來源；
 - c. 形成顏料及水之微細、分散良好的料漿；
 - d. 研磨此料漿；
 - e. 將處理劑沈積於料漿化之研磨顏料上，該處理劑具有 $\text{ROOCCHSO}_3\text{MCH}_2\text{COOR}'$ 之化學式，其中 R 及 R' 係具有自 2 至 20 個碳原子之單價烷基基根，及 M 係為金屬單價陽離子；以及
 - f. 將此有處理劑沈積於其上之顏料材料進行乾燥。
2. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中 R 及 R' 各係具有自 4 至 14 個碳原子之單價烷基基根。
3. 根據申請專利範圍第 2 項之方法，其中 R 及 R' 各係具有 8 個碳原子之單價烷基基根，及 M 係為鈉。
4. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該處理劑係為磺基琥珀酸二辛酯鈉。
5. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該顏料材料係為無機顏料材料。
6. 根據申請專利範圍第 5 項之方法，其中該顏料材料係為二氧化鈦。
7. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中在步驟(e)中，該處理劑係以由該顏料材料之重量計，係自 0.3 百分比至 3.0 百分比(以重量計)範圍內之量沈積於該顏料材料上。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂