



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110760202 A

(43)申请公布日 2020.02.07

(21)申请号 201910880873.9

(22)申请日 2019.09.18

(71)申请人 湖南柿竹园有色金属有限责任公司

地址 423000 湖南省郴州市苏仙区白露塘镇东河东路

(72)发明人 朱文平 李仲伦 崔静涛 张自军

(74)专利代理机构 北京众合诚成知识产权代理有限公司 11246

代理人 李宝硕

(51)Int.Cl.

C09C 1/00(2006.01)

C09C 3/08(2006.01)

C09C 3/06(2006.01)

权利要求书2页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

一种钒酸铋荧光颜料的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,包括如下步骤:S1、在室温下,称量偏钒酸铋固体和氟、磷化合物,加入蒸馏水,再加入NaOH,强烈搅拌15分钟得到溶液一;S2、按照与钒元素等摩尔比,称量硝酸铋固体,加入硝酸钙,再加入少量浓硝酸溶解,得硝酸铋溶液二;S3、将溶液一加入到溶液二中,搅拌1小时,得到钒酸铋荧光颜料前驱体;S4、将所得混合溶液转移至不锈钢反应釜中,进行控制反应;S5、待反应结束后,将制得产物分别用蒸馏水、乙醇洗涤,接着进行干燥,即可制备出钒酸铋荧光颜料材料,本发明结构科学合理,合成方法其它合成方法相比,本发明具有反应速率快、能耗少、产率高、适合低成本规模生产等特点,适合推广使用。



1. 一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

S1、在室温下,称量偏钒酸铵固体和氟、磷化合物,加入蒸馏水,再加入NaOH,强烈搅拌15分钟得到溶液一;

S2、按照与钒元素等摩尔比,称量硝酸铋固体,加入硝酸钙,再加入少量浓硝酸溶解,得硝酸铋溶液二;

S3、将溶液一加入到溶液二中,搅拌1小时,得到钒酸铋荧光颜料前驱体;

S4、将所得混合溶液转移至不锈钢反应釜中,进行控制反应;

S5、待反应结束后,将制得产物分别用蒸馏水、乙醇洗涤,接着进行干燥,即可制备出钒酸铋荧光颜料材料。

2. 根据权利要求1所述的一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,其特征在于,所述步骤S1中NaOH的摩尔数为钒元素2-6倍,所述氟、磷化合物为钒10-20%摩尔量。

3. 根据权利要求1所述的一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,其特征在于,所述步骤S3中环境为PH=3-8,温度为50-95℃。

4. 根据权利要求1所述的一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,其特征在于,所述步骤S4中控制反应温度50—200℃,压力0.1-1MPa,反应3-10小时。

5. 根据权利要求1所述的一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,其特征在于,所述步骤S5中用蒸馏水、乙醇洗涤2-3次、105℃干燥4小时。

6. 根据权利要求1所述的一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,其特征在于,所述步骤S3中还包括如下步骤:

A1、将溶液二先放入搅拌罐中,待其温度降至室温后,加入溶液一,加入溶液一的时候,一边进行搅拌,一边进行加料;

A2、加入完成后持续搅拌,搅拌中对于溶液进行实时观察,并且对溶液进行抽样目测;

A3、搅拌完成后,倒入反应釜中。

7. 根据权利要求1所述的一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,其特征在于,所述步骤S5还包括如下步骤:

B1、将钒酸铋荧光颜料材料放入研磨机中,研磨完成后对于颜料进行筛离;

B2、筛离通过筛选机进行筛选,筛选中对于杂质和块状物单独挑出,杂质回收使用,对于块状物放入研磨机中进行二次研磨;

B3、筛离完成后,对于未合格的钒酸铋荧光颜料再次研磨,也放入研磨机中进行二次研磨。

B4、研磨完成后通过检测,检测完成后进行打包处理,处理完成后集中装箱,接着放置在库房,并进行贴码标记。

8. 根据权利要求7所述的一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,其特征在于,所述步骤B2中对于筛选机使用的滤网为600目;

所述步骤B4中对于钒酸铋荧光颜料通过涂抹在颜料打板上进行着色,将常规钒酸铋荧光颜料也进行着色,便于直接目测出鲜艳度和着色力。

9. 根据权利要求7所述的一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,其特征在于,所述步骤B1中钒酸铋荧光颜料为室温,并且为固态。

10. 根据权利要求8所述的一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,其特征在于,所述B4中对

于钒酸铋荧光颜料需要进行两次。

一种钒酸铋荧光颜料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及荧光颜料的制备技术领域,具体为一种钒酸铋荧光颜料的制备方法。

背景技术

[0002] 荧光颜料在塑胶、溶胶、纸品、色浆、油墨、油漆、涂料、色母、化纤、纺织等等的着色方面有着优异的表现,在自然条件下,以及在黎明,黄昏,灰雾气候,及投射等光线条件下,荧光光泽具有远远优于传统光泽的可见性,能更早,更快地吸引人的注意力,把握这种注意力的时间更长,并大大增加了人们回头看第二眼,甚至第三眼的机会,荧光颜料的这些特点越来越广泛的商业兴趣,并获得越来越广泛的商业应用;

[0003] 但是目前的钒酸铋荧光颜料的耐光性和耐溶解性差,且鲜艳度与着色能力差,从而在光线投射的情况下,不能便于快速认清颜料反光度,从而降低视觉效果。

发明内容

[0004] 本发明提供一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,可以有效解决上述背景技术中提出目前的钒酸铋荧光颜料的耐光性和耐溶解性差,且鲜艳度与着色能力差,从而在光线投射的情况下,不能便于快速认清颜料反光度,从而降低视觉效果的问题。

[0005] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,包括如下步骤:

[0006] S1、在室温下,称量偏钒酸铵固体和氟、磷化合物,加入蒸馏水,再加入NaOH,强烈搅拌15分钟得到溶液一;

[0007] S2、按照与钒元素等摩尔比,称量硝酸铋固体,加入硝酸钙,再加入少量浓硝酸溶解,得硝酸铋溶液二;

[0008] S3、将溶液一加入到溶液二中,搅拌1小时,得到钒酸铋荧光颜料前驱体;

[0009] S4、将所得混合溶液转移至不锈钢反应釜中,进行控制反应;

[0010] S5、待反应结束后,将制得产物分别用蒸馏水、乙醇洗涤,接着进行干燥,即可制备出钒酸铋荧光颜料材料。

[0011] 根据上述技术方案,所述步骤S1中NaOH的摩尔数为钒元素2-6倍,所述氟、磷化合物为钒10-20%摩尔量。

[0012] 根据上述技术方案,所述步骤S3中环境为PH=3-8,温度为50-95℃。

[0013] 根据上述技术方案,所述步骤S4中控制反应温度50—200℃,压力0.1-1MPa,反应3-10小时。

[0014] 根据上述技术方案,所述步骤S5中用蒸馏水、乙醇洗涤2-3次、105℃干燥4小时。

[0015] 根据上述技术方案,所述步骤S3中还包括如下步骤:

[0016] A1、将溶液二先放入搅拌罐中,待其温度降至室温后,加入溶液一,加入溶液一的时候,一边进行搅拌,一边进行加料;

[0017] A2、加入完成后持续搅拌,搅拌中对于溶液进行实时观察,并且对溶液进行抽样目

测；

[0018] A3、搅拌完成后，倒入反应釜中。

[0019] 根据上述技术方案，所述步骤S5还包括如下步骤：

[0020] B1、将钒酸铋荧光颜料材料放入研磨机中，研磨完成后对于颜料进行筛离；

[0021] B2、筛离通过筛选机进行筛选，筛选中对于杂质和块状物单独挑出，杂质回收使用，对于块状物放入研磨机中进行二次研磨；

[0022] B3、筛离完成后，对于未合格的钒酸铋荧光颜料再次研磨，也放入研磨机中进行二次研磨。

[0023] B4、研磨完成后通过检测，检测完成后进行打包处理，处理完成后集中装箱，接着放置在库房，并进行贴码标记。

[0024] 根据上述技术方案，所述步骤B2中对于筛选机使用的滤网为600目；

[0025] 所述步骤B4中对于钒酸铋荧光颜料通过涂抹在颜料打板上进行着色，将常规钒酸铋荧光颜料也进行着色，便于直接目测出鲜艳度和着色力。

[0026] 根据上述技术方案，所述步骤B1中钒酸铋荧光颜料为室温，并且为固态。

[0027] 根据上述技术方案，所述B4中对于钒酸铋荧光颜料需要进行两次。

[0028] 与现有技术相比，本发明的有益效果：本发明结构科学合理，合成方法其它合成方法相比，本发明具有反应速率快、能耗少、产率高、适合低成本规模生产等特点，适合推广使用，通过简单的添加氟、磷化合物，从而使产品具有良好的荧光颜料性能，克服了一般无机荧光颜料耐光性和耐溶解性差的缺点，具有色光鲜艳，着色力强，耐光、耐气候性和化学稳定性好的特点，对于推广该类材料在更广阔领域的应用研究具有重要意义，且产品在无机荧光黄色颜料行业拥有光明前景。

附图说明

[0029] 附图用来提供对本发明的进一步理解，并且构成说明书的一部分，与本发明的实施例一起用于解释本发明，并不构成对本发明的限制。

[0030] 在附图中：

[0031] 图1是本发明的制备方法流程示意图；

[0032] 图2是本发明的步骤S3具体流程示意图；

[0033] 图3是本发明的步骤S5具体流程示意图；

[0034] 图4是本发明的实验对比参照图。

具体实施方式

[0035] 以下结合附图对本发明的优选实施例进行说明，应当理解，此处所描述的优选实施例仅用于说明和解释本发明，并不用于限定本发明。

[0036] 实施例1：如图1-3所示，本发明提供技术方案，一种钒酸铋荧光颜料的制备方法，包括如下步骤：

[0037] S1、在室温下，称量偏钒酸铵固体和氟、磷化合物，加入蒸馏水，再加入NaOH，强烈搅拌15分钟得到溶液一；

[0038] S2、按照与钒元素等摩尔比，称量硝酸铋固体，加入硝酸钙，再加入少量浓硝酸溶

解,得硝酸铋溶液二;

[0039] S3、将溶液一加入到溶液二中,搅拌1小时,得到钒酸铋荧光颜料前驱体;

[0040] S4、将所得混合溶液转移至不锈钢反应釜中,进行控制反应;

[0041] S5、待反应结束后,将制得产物分别用蒸馏水、乙醇洗涤,接着进行干燥,即可制备出钒酸铋荧光颜料材料。

[0042] 根据上述技术方案,步骤S1中NaOH的摩尔数为钒元素5倍,氟、磷化合物为钒10%摩尔量。

[0043] 根据上述技术方案,步骤S3中环境为PH=7,温度为65℃。

[0044] 根据上述技术方案,步骤S4中控制反应温度100℃,压力0.7MPa,反应4小时。

[0045] 根据上述技术方案,步骤S5中用蒸馏水、乙醇洗涤2次、105℃干燥4小时。

[0046] 根据上述技术方案,步骤S3中还包括如下步骤:

[0047] A1、将溶液二先放入搅拌罐中,待其温度降至室温后,加入溶液一,加入溶液一的时候,一边进行搅拌,一边进行加料;

[0048] A2、加入完成后持续搅拌,搅拌中对于溶液进行实时观察,并且对溶液进行抽样目测;

[0049] A3、搅拌完成后,倒入反应釜中。

[0050] 根据上述技术方案,步骤S5还包括如下步骤:

[0051] B1、将钒酸铋荧光颜料材料放入研磨机中,研磨完成后对于颜料进行筛离;

[0052] B2、筛离通过筛选机进行筛选,筛选中对于杂质和块状物单独挑出,杂质回收使用,对于块状物放入研磨机中进行二次研磨;

[0053] B3、筛离完成后,对于未合格的钒酸铋荧光颜料再次研磨,也放入研磨机中进行二次研磨。

[0054] B4、研磨完成后通过检测,检测完成后进行打包处理,处理完成后集中装箱,接着放置在库房,并进行贴码标记。

[0055] 根据上述技术方案,步骤B2中对于筛选机使用的滤网为600目;

[0056] 步骤B4中对于钒酸铋荧光颜料通过涂抹在颜料打板上进行着色,将常规钒酸铋荧光颜料也进行着色,便于直接目测出鲜艳度和着色力。

[0057] 根据上述技术方案,步骤B1中钒酸铋荧光颜料为室温,并且为固态。

[0058] 根据上述技术方案,B4中对于钒酸铋荧光颜料需要进行两次。

[0059] 实施例2:如图1-3所示,本发明提供技术方案,一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,包括如下步骤:

[0060] S1、在室温下,称量偏钒酸铵固体和氟、磷化合物,加入蒸馏水,再加入NaOH,强烈搅拌15分钟得到溶液一;

[0061] S2、按照与钒元素等摩尔比,称量硝酸铋固体,加入硝酸钙,再加入少量浓硝酸溶解,得硝酸铋溶液二;

[0062] S3、将溶液一加入到溶液二中,搅拌1小时,得到钒酸铋荧光颜料前驱体;

[0063] S4、将所得混合溶液转移至不锈钢反应釜中,进行控制反应;

[0064] S5、待反应结束后,将制得产物分别用蒸馏水、乙醇洗涤,接着进行干燥,即可制备出钒酸铋荧光颜料材料。

- [0065] 根据上述技术方案,步骤S1中NaOH的摩尔数为钒元素5倍,氟、磷化合物为钒15%摩尔量。
- [0066] 根据上述技术方案,步骤S3中环境为PH=8,温度为95℃。
- [0067] 根据上述技术方案,步骤S4中控制反应温度70℃,压力0.1MPa,反应3小时。
- [0068] 根据上述技术方案,步骤S5中用蒸馏水、乙醇洗涤3次、105℃干燥4小时。
- [0069] 根据上述技术方案,步骤S3中还包括如下步骤:
- [0070] A1、将溶液二先放入搅拌罐中,待其温度降至室温后,加入溶液一,加入溶液一的时候,一边进行搅拌,一边进行加料;
- [0071] A2、加入完成后持续搅拌,搅拌中对于溶液进行实时观察,并且对溶液进行抽样目测;
- [0072] A3、搅拌完成后,倒入反应釜中。
- [0073] 根据上述技术方案,步骤S5还包括如下步骤:
- [0074] B1、将钒酸铋荧光颜料材料放入研磨机中,研磨完成后对于颜料进行筛离;
- [0075] B2、筛离通过筛选机进行筛选,筛选中对于杂质和块状物单独挑出,杂质回收使用,对于块状物放入研磨机中进行二次研磨;
- [0076] B3、筛离完成后,对于未合格的钒酸铋荧光颜料再次研磨,也放入研磨机中进行二次研磨。
- [0077] B4、研磨完成后通过检测,检测完成后进行打包处理,处理完成后集中装箱,接着放置在库房,并进行贴码标记。
- [0078] 根据上述技术方案,步骤B2中对于筛选机使用的滤网为600目;
- [0079] 步骤B4中对于钒酸铋荧光颜料通过涂抹在颜料打板上进行着色,将常规钒酸铋荧光颜料也进行着色,便于直接目测出鲜艳度和着色力。
- [0080] 根据上述技术方案,步骤B1中钒酸铋荧光颜料为室温,并且为固态。
- [0081] 根据上述技术方案,B4中对于钒酸铋荧光颜料需要进行两次。
- [0082] 实施例3:如图1-3所示,本发明提供技术方案,一种钒酸铋荧光颜料的制备方法,包括如下步骤:
- [0083] S1、在室温下,称量偏钒酸铵固体和氟、磷化合物,加入蒸馏水,再加入NaOH,强烈搅拌15分钟得到溶液一;
- [0084] S2、按照与钒元素等摩尔比,称量硝酸铋固体,加入硝酸钙,再加入少量浓硝酸溶解,得硝酸铋溶液二;
- [0085] S3、将溶液一加入到溶液二中,搅拌1小时,得到钒酸铋荧光颜料前驱体;
- [0086] S4、将所得混合溶液转移至不锈钢反应釜中,进行控制反应;
- [0087] S5、待反应结束后,将制得产物分别用蒸馏水、乙醇洗涤,接着进行干燥,即可制备出钒酸铋荧光颜料材料。
- [0088] 根据上述技术方案,步骤S1中NaOH的摩尔数为钒元素2倍,氟、磷化合物为钒20%摩尔量。
- [0089] 根据上述技术方案,步骤S3中环境为PH=3,温度为80℃。
- [0090] 根据上述技术方案,步骤S4中控制反应温度130℃,压力0.1MPa,反应10小时。
- [0091] 根据上述技术方案,步骤S5中用蒸馏水、乙醇洗涤2次、105℃干燥4小时。

[0092] 根据上述技术方案,步骤S3中还包括如下步骤:

[0093] A1、将溶液二先放入搅拌罐中,待其温度降至室温后,加入溶液一,加入溶液一的时候,一边进行搅拌,一边进行加料;

[0094] A2、加入完成后持续搅拌,搅拌中对于溶液进行实时观察,并且对溶液进行抽样目测;

[0095] A3、搅拌完成后,倒入反应釜中。

[0096] 根据上述技术方案,步骤S5还包括如下步骤:

[0097] B1、将钒酸铋荧光颜料材料放入研磨机中,研磨完成后对于颜料进行筛离;

[0098] B2、筛离通过筛选机进行筛选,筛选中对于杂质和块状物单独挑出,杂质回收使用,对于块状物放入研磨机中进行二次研磨;

[0099] B3、筛离完成后,对于未合格的钒酸铋荧光颜料再次研磨,也放入研磨机中进行二次研磨。

[0100] B4、研磨完成后通过检测,检测完成后进行打包处理,处理完成后集中装箱,接着放置在库房,并进行贴码标记。

[0101] 根据上述技术方案,步骤B2中对于筛选机使用的滤网为600目;

[0102] 步骤B4中对于钒酸铋荧光颜料通过涂抹在颜料打板上进行着色,将常规钒酸铋荧光颜料也进行着色,便于直接目测出鲜艳度和着色力。

[0103] 根据上述技术方案,步骤B1中钒酸铋荧光颜料为室温,并且为固态。

[0104] 根据上述技术方案,B4中对于钒酸铋荧光颜料需要进行两次。

[0105] 如图4所示,将实施例1、2和3制备而成写的荧光颜料进行标号,标号为1、2、3号样品,未标号的为常规钒酸铋颜料,从颜料打板图片中可看出,钒酸铋荧光颜料具有较好的颜色鲜艳度和着色力。

[0106] 与现有技术相比,本发明的有益效果:本发明结构科学合理,合成方法其它合成方法相比,本发明具有反应速率快、能耗少、产率高、适合低成本规模生产等特点,适合推广使用,通过简单的添加氟、磷化合物,从而使产品具有良好的荧光颜料性能,克服了一般无机荧光颜料耐光性和耐溶解性差的缺点,具有色光鲜艳,着色力强,耐光、耐气候性和化学稳定性好的特点,对于推广该类材料在更广阔领域的应用研究具有重要意义,且产品在无机荧光黄色颜料行业拥有光明前景。

[0107] 最后应说明的是:以上所述仅为本发明的优选实例而已,并不用于限制本发明,尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,对于本领域的技术人员来说,其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

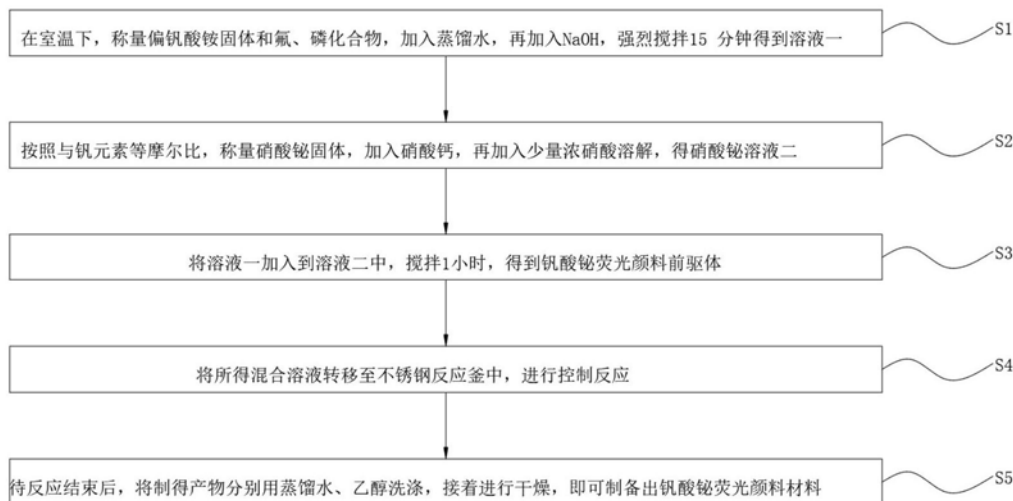


图1

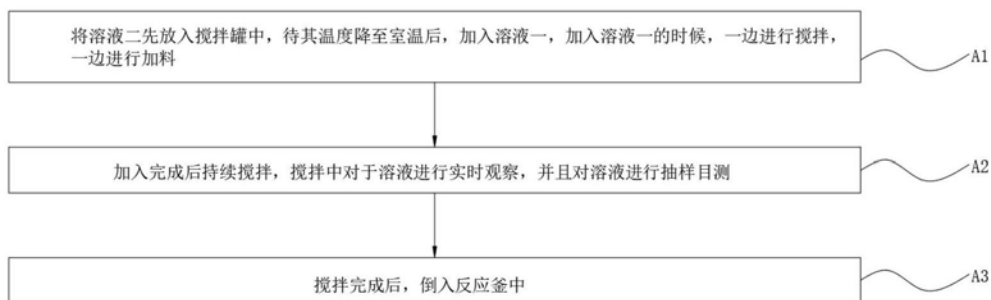


图2

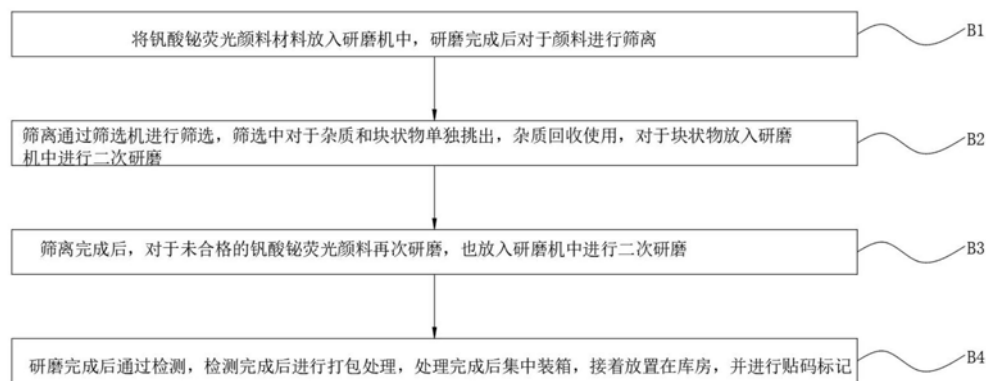


图3



图4