[19]中华人民共和国专利局

[11] 公开号 CN 1103418A

[12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 93120537.9

[51]Int.Cl[5]

[43]公开日 1995 年 6 月 7 日

C09C 3 / 10

[22]申请日 93.11.29

[71]申请人 广州立德粉厂

地址 510760广东省广州市黄埔区南岗西路

[72]发明人 王桂林 龙少华 肖桂平

钟响凌 何尚东

[74]专利代理机构 广州市专利事务所

代理人 余志军

C09C 1 / 38

说明书页数: 附图页数:

[54]发明名称 耐晒锌钛黄颜料

[57]摘要

一种耐晒锌钛黄颜料的生产工艺，是将无机基料通过重氮、偶合反应，将单偶氮黄色有机颜料包膜到无机基体上，使其有无机颜料的耐候、耐光、耐热、耐老化性能，又有有机颜料色泽鲜艳、着色力、遮盖力高的特点，经生产实践证明，有较好的经济效益和社会效益。

权　利　要　求　书

1，一种耐晒锌钛黄颜料生产工艺．是用无机颜料和有机颜料通过偶联剂混拼而成．其特征是合成一种无机基体．将BaS和Na2S的混合溶液与含有着色元素M和ZnSO4和ZnCl2的混合溶液共沉淀．沉淀后的固体经水洗、过滤、干燥、真空　煅烧、粉碎等，制得成份为X.ZnS、YBaSO4、ZM5的无机基体．其中着色元素M为元素周期表里的第8族　副族和稀土元素．然后在无机基体上通过重氮偶合反应，将单偶氮黄色有机颜料包膜到无机基体上，形成组份为X.ZnS YBaSO4、ZM5　nPY的耐晒锌钛黄系列颜料．

2，根据权利要求1所述的方法　其特征PY可以是PY1、PY5、PY10、PY49、PY60　PY65、PY74等

3，根据权利要求1所述的方法．其特征无机基体可以添加钛白粉、硫酸钡、硫化锌、碳酸钙、滑石粉等颜料和填料．

4，根据权利要求1所述的方法．其特征是着色元素M是元素周期表第8族．副族和稀土元素．浓度为0.1－100克　升

5，根据权利要求1所述的方法．其特征是BaS和Na2S混合液的浓度20－300克　升

6，根据权利要求1所述的方法．其特征是ZnSO4和ZnCl2混合液的浓度40－400克　升

7，根据权利要求1所述的方法．其特征是真空煅烧温度为700－800℃

说　　明　　书

耐晒锌钛黄颜料

本发明是涉及颜料生产的工艺，特别是一种用无机颜料为基体而采用有机颜料重氮偶合包覆的耐晒锌钛黄颜料的生产工艺。

在发明作出之前，黄色颜料主要品种有镉黄、铬黄及有机黄等。镉黄、铬黄虽然耐热、耐光、耐候性较好，价格便宜，但镉和铬是公知有剧毒的物质，因此受到环保的限制，而有机黄虽然不含剧毒物质，但价格昂贵。因此科学家又研究了一类复合颜料。如日本专利公开昭59—223757(1984.12.15)《复合颜料组成物》中提到，将无机颜料和有机颜料组成的复合颜料粒子，通过硅烷偶联剂结合而成的复合颜料。这种混拼方法虽然有无机和有机颜料的特色，但结合的复合颜料着色力较差，容易浮色，耐老化性及耐光性不够理想。又如苏联专利990778(1983.1.23)《黄色颜料的组成》 这种颜料是以含锌和铁化合物为基料的，虽然它无毒，但色泽不够鲜艳，而且着色力差。

本发明的目的就是要解决混拼复合颜料着色力差，容易浮色及耐老化、耐光性不够理想的问题。本发明合成了一种新的无机基体作为耐晒锌钛黄系列颜料的包膜核心，通过重氮偶合反应，将单偶氮黄色有机颜料包膜到已合成的无机基体上，从而形成一类新黄色颜料，使其有无机颜料的耐候性、耐光、耐老化性好，又有有机颜料的色泽鲜艳、着色力高的特点，从而达到价格便宜又安全无毒的效果。

本发明是这样实现的：先制备无机基体，然后通过重氮、 偶合

反应，将单偶氮黄色有机颜料包膜到无机基体上，形成组份为X.ZnS、YBaSO4、ZM5、nPY的耐晒锌钛黄系列颜料。X、Y、Z、n为1—10的自然数。

1，无机基体的制备：将BaS和Na2S的混合溶液（浓度为20—300克/升）与含有着色元素M和ZnSO4和ZnCl2的混合溶液（浓度在40—400克/升）共沉淀，沉淀后的固体经水洗、过滤、干燥、煅烧、粉碎等，制得成份为X.ZnS、YBaSO4、ZM5、 的无机基体。其化学反应式如下：

$ZnSO_4 + BaS \rightarrow ZnS \cdot BaSO_4 \downarrow$ （1）

$ZnCl_2 + BaS \rightarrow ZnS \downarrow + BaCl_2$ （2）

$ZnSO_4 + Na_2S \rightarrow ZnS \downarrow + Na_2SO_4$ （3）

$MSO_4 + BaS \rightarrow M5 \downarrow + BaSO_4$ （4）

其中M为元素周期表里的第8族、副族和稀土元素，浓度为0.1—100克/升。

通过控制反应式（1）、（2）、（3）、（4）的比例，将得到组份为X.ZnS、YBaSO4、ZM5的无机基体。除了以上的无机基体外，还可以添加钛白粉、硫酸钡、硫化锌、碳酸钙、滑石粉等颜料及填料。

2，在无机基体上发生重氮、偶合反应。

（1） 无机基体与其它颜料或填料拼混，得到拼混基体X.ZnS、YBaSO4、ZMS、MW。其中W代表其它颜料或填料，如TiO2、CaCO3等。

（2） 重氮反应：

$$Ar + NH_2 + 2HCl + NaNO_2 \rightarrow Ar-N=N-Cl + NaCl + 2H_2O$$

其中Ar为芳香族基团。

3，在拼混基体上发生偶合反应， 生成黄色有机颜料包膜在拼混后的基体上，其反应如下：

$$Ar-N=N-Cl + Ar'-NH_2 \rightarrow Ar-N=N-Ar'-NH_2 + HCl$$

其中Ar'代表另一种芳香族基团。

通过重氮、偶合反应将单偶氮黄色有机颜料包膜到无机基体上，形成组份为X.ZnS、YBaSO4、ZM5、nPY的耐晒钾钛黄系列颜料。 经过滤、水洗、干燥、粉碎得产品。其中PY是单偶氮黄色颜料。PY可以是PY1、PY5、PY10、PY49、PY60、PY65、PY74等。

本发明经过一年多生产实践及用户使用证明，耐晒钾钛黄不但有无机颜料的耐候、耐光、耐热、耐老化性能好，又有有机颜料色泽鲜艳、着色力、遮盖力高的特点，价格便宜，有较好的经济效益和社会效益。

本发明的实施例如下：

实施例1：

将100—300克ZnSO4配成1000—3000毫升溶液， 加入10—30克$NiSO_4 \cdot 7H_2O$和300—700克$ZnCl_2$制成混合溶液A。

150—400克BaS配成200—450毫升溶液B。A和B并流常温共沉淀至SO4 沉淀完全，水洗、过滤、干燥，在700—800℃真空煅烧，得无机基料(1)

实施例2：

红色基GGS28克加入100毫升工业盐酸，加水至200毫升，搅拌1—2小时，加冰至小于15℃，加入含15克$NaNO_2$的20%水溶液， 重氮20分钟，淀粉KI试纸检验为兰色，过滤，得重氮液(2)。

20—35克1、3、5—吡唑啉酮加液碱溶解至全溶，放入无机基料(1)，再加100—150克轻质$CaCO_3$，加水至1000毫升左右，常温下加入重氮液(2)，反应至渗圆试验合格，过滤，水洗、干燥、粉碎得红光黄黄色颜料。

实施例3：

配方和步骤同实施例2，但在偶合液加无机基料时，同时加入60克R930钛白粉，得亮红光黄黄色颜料。

实施例4：

配方与步骤同实施例1，只是把$MSO_4 \cdot 7H_2O$改为$MnCl_2$，得无机基料。

实施例5：

配方和步骤同实施例2，加入实施例4得暗红棕黄色颜料。

实施例6：

配方和步骤同实施例3，加入实施例4，得红光黄色颜料。

实施例7：

配方和步骤同实施例1，将$NiSO_4 \cdot 7H_2O$改为$LaCl_3$(氯化镧)，得无机基料。

实施例8：

配方和步骤同实施例2，加入实施例7，得红棕黄色颜料。

实施例9：

配方和步骤同实施例3，加入实施例8，得红光黄色颜料，遮盖力优于实施例1。