(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105754378 B
(45)授权公告日 2018.11.09

(21)申请号 201610169079.X

(22)申请日 2016.03.23

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 105754378 A

(43)申请公布日 2016.07.13

(73)专利权人 河南鑫泰钙业有限公司
地址 474650 河南省南阳市南召县产业聚集区

(72)发明人 刘武营 刘汉卿 刘真真 周士贤 周震 宋鲜名 王康

(74)专利代理机构 南阳市智博维创专利事务所 41115
代理人 杨士钧

(51)Int.Cl.
C09C 1/36(2006.01)
C09C 3/08(2006.01)
C09C 3/10(2006.01)
C09C 3/12(2006.01)

(56)对比文件
CN 1724595 A,2006.01.25,
CN 101041748 A,2007.09.26,
CN 101245198 A,2008.08.20,
CN 104893364 A,2015.09.09,

审查员 范海滨

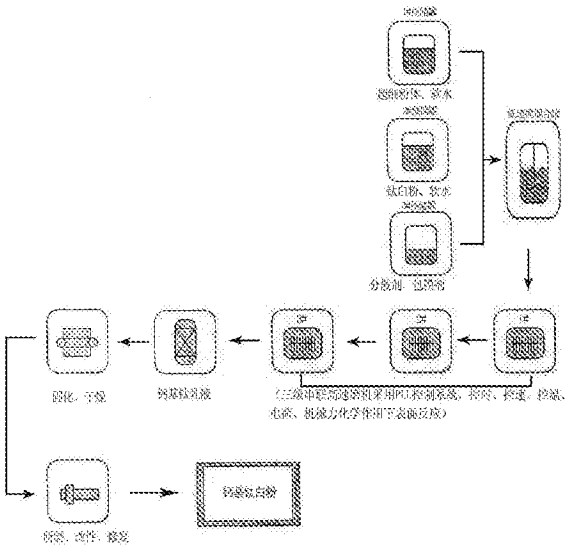
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种钙基钛白粉及其制备工艺

(57)摘要

本发明公开了一种钙基钛白粉及其制备工艺，该钙基钛白粉由4000-6000目的超微细碳酸钙无机粉体材料构成的内核基体包覆10000目以上的二氧化钛构成的外膜制备而成，其制备工艺通过将超微细碳酸钙、二氧化钛和分散剂与包膜剂分别以三份混合均匀的水溶液形式，从而有效避免出现团聚的现象，使超微细碳酸钙有效保持分散状态，经PLC控制系统控制三级串联的高速磨机时间、速度、温度和电荷产生的机械力化学反应，采用动力学和热力学原理进行无机包膜，使外膜包覆均匀、致密，结合牢固。通过干燥固化、粉体研磨均化，改性、修复包膜，使包膜更加圆润，从而有效提高产品的白度、吸油值和遮盖能力。经检测：白度达97%-99%，吸油值29-35g/100 g，遮盖力>35.4g/㎡，产品指标均到达或超过国家标准。



CN 105754378 B

1.一种钙基钛白粉的制备工艺，其特征在于：包括以下步骤：

1)将重量份为60-90份构成内核基体的4000-6000目超微细碳酸钙无机粉体与软水按1:3-5的比例混合均匀于1号预储罐，将重量份为5-10份10000目以上的二氧化钛与软水按1:2-4的比例混合均匀于2号预储罐，取1-2份的分散剂和2-3份的包膜剂一同与软水按1:2-3的比例混合均匀于3号预储罐；

2)将步骤1)中三个预储罐中的水溶液同时加入低速搅拌的混合反应罐中，搅拌速度控制在5-10转/分钟，反应1-2小时，使颗粒表面羟基化；

3)将步骤2)所得溶液送入三级串联高速磨机，采用PLC控制系统，控制反应高速磨机在55-68℃的温度下，以4500-6600转/分的转速，研磨2±0.2小时，得钙基钛乳液；

4)将步骤3)所得钙基钛乳液送入热气流固化干燥罐，进行快速固化干燥，形成钙基钛白粉预制料；

5)将步骤4)所得钙基钛白粉预制料送入改性研磨机，并加入3-5份的改性剂，进行改性研磨修复3-5小时，即得成品钙基钛白粉；

所述分散剂为聚羧酸钠盐；所述包膜剂为十二碳醇酯；所述改性剂为聚醚改性硅油。

一种钙基钛白粉及其制备工艺

技术领域

[0001] 本发明属于钛白粉生产技术领域，尤其涉及一种钙基钛白粉及其制备工艺。

背景技术

[0002] 钛白粉是主要成分为二氧化钛(TiO2)的白色矿物质填充颜料，同时具备高遮盖力、高消色力、高光洁度、高白度和稳定的耐候性，同时还具有化学惰性、无毒、对人体无害等性能，因而成为迄今为止性能最好的白色颜料，广泛应用于塑料、橡胶、造纸、涂料、油墨、油漆等行业。尤其涂料行业是钛白粉的最大用户，用钛白粉制成的涂料，色彩鲜艳，遮盖能力高，着色力强，用量省，品种多，对介质的稳定性可起到保护作用，并能增强漆膜的机械强度和附着力，防止裂纹，防止紫外线和水分透过，延长漆膜寿命。与此同时，由于钛白粉的生产成本较其它白色颜料高，以及近年来钛矿资源的日益紧缺，使得钛白粉的广泛应用受到一定限制，更值得关注的是在中国，由于绝大多数钛白粉都采用对环境污染更严重的硫酸法进行生产，所以研究和探索钛白粉的替代品以解决上述问题，是具有重要的现实意义。

[0003] 传统的钛白粉替代品，是指具有钛白粉的性能且成本比钛白粉低，能够部分或全部替代钛白粉被应用的无机粉体材料。从20 世纪70 年代起，钛白粉替代品就已开始了研究和开发，并取得了一定的经济效益。如日本将复合钛白粉用于合成纤维，英国和德国将制成的滑石复合钛白粉已用于造纸，美国将云母、高岭土分别与TiO2 制备出复合钛白产品，部分的应用于化妆品行业。同时，绝大多数复合钛白的制备都存在着团聚现象，产品表现出遮盖力低、耐候性不足，消色力表现不能令人满意等等问题，所以说目前的钛白粉技术在一定程度上是以牺牲部分钛白粉应有的性能而进行的取代钛白粉，还不能达到完全取代钛白粉。

发明内容

[0004] 本发明的目的是针对上述现有技术的不足，提供一种白度高、吸油值大，遮盖能力强的钙基钛白粉，可作为填充料广泛应用于造纸、油漆、涂料、橡胶、日化、建材、油墨等行业制品中。

[0005] 同时，本发明的另一目的是提供一种上述钙基钛白粉的制备工艺。

[0006] 本发明的目的所采用的技术方案是：钙基钛白粉，包括由4000-6000目的超微细碳酸钙无机粉体材料构成的内核基体，该基体外包覆有10000目以上的二氧化钛构成的外膜，所述超微细碳酸钙的重量份为60-90份，所述二氧化钛的重量份为5-10份。

[0007] 上述钙基钛白粉的制备工艺，包括以下步骤：

[0008] 1)将所述重量份的超微细碳酸钙与软水按1：3-5的比例混合均匀于1号预储罐，将所述重量份的二氧化钛与软水按1：2-4的比例混合均匀于2号预储罐，取1-2份的分散剂和2-3份的包膜剂一同与软水按1：2-3的比例混合均匀于3号预储罐；

[0009] 2)将步骤1)中三个预储罐中的同时加入低速搅拌的混合反应罐中，搅拌速度控制在5-10转/分钟，反应1-2小时，使颗粒表面羟基化；

[0010] 3)将步骤2)所得溶液送入三级串联高速磨机，采用PLC控制系统，控制反应高速磨机在55-68℃的温度下，以4500-6600转/分的转速，研磨2±0.2小时，得钙基钛乳液；

[0011] 4)将步骤3)所得钙基钛乳液送入热气流固化干燥罐，进行快速固化干燥，形成钙基钛白粉预制料；

[0012] 5)将步骤4)所得钙基钛白粉预制料送入改性研磨机，并加入3-5份的改性剂，进行改性研磨修复3-5小时，即得成品钙基钛白粉。

[0013] 所述分散剂为聚羧酸钠盐。

[0014] 所述包膜剂为十二碳醇酯。

[0015] 所述改性剂为聚醚改性硅油。

[0016] 本发明通过将超微细碳酸钙、二氧化钛和分散剂与包膜剂分别以三份混合均匀的水溶液形式，暂存于三个预储罐，从而有效避免了上述原料向同一储存罐加入的情况下，容易出现团聚的现象，使超微细碳酸钙有效保持分散状态，分散剂、包膜剂作为媒介，使颗粒表面实现有效完全羟基化，使颗粒具有良好的分散性能和稳定性能。另外，经PLC控制系统控制三级串联的高速磨机时间、速度、温度和电荷产生的机械力化学反应，采用动力学和热力学原理进行无机包膜，使外膜包覆均匀、致密，结合牢固。通过干燥固化、粉体研磨均化，改性、修复包膜，使包膜更加圆润，从而有效提高产品的白度、吸油值和遮盖能力。采用本工艺方法制得的钙基钛白粉，经检测：白度达97%-99%，吸油值29-35g/100 g，遮盖力>35.4g/m^2，产品指标均到达或超过国家标准。

[0017] 申请人历时5年研制出本申请的复合钙基钛白粉，可广泛用作造纸、油漆、涂料、橡胶、日化、建材、油墨等行业制品中的填充料，提高了相关行业的产品质量，增加制品附加值等，是绿色环保、高科技、高附加值产品，完全可以替代进口材料，吨价格仅为进口材料的三分之一，为用户企业生产极大降低了生产成本，中试产品经过试用后深得好评，产品推广应用空间极大。拓展了产品应用领域，拉长了产业链条，为我国钛白粉产业的快速发展起到了积极的推动作用。

附图说明

[0018] 下面结合附图对本发明做进一步的说明：

[0019] 图1是本发明的工艺流程图。

具体实施方式

[0020] 参看图1，本发明的钙基钛白粉，采用4000-6000目的超微细碳酸钙无机粉体材料构成内核基体，并在基体外包覆有10000目以上的二氧化钛构成的外膜制成，所述超微细碳酸钙的重量份为60-90份，所述二氧化钛的重量份为5-10份。其制备工艺，包括以下步骤：

[0021] 1)将所述重量份的超微细碳酸钙与软水按1:3-5的比例混合均匀于1号预储罐，将所述重量份的二氧化钛与软水按1:2-4的比例混合均匀于2号预储罐，取1-2份的分散剂和2-3份的包膜剂一同与软水按1:2-3的比例混合均匀于3号预储罐；

[0022] 2)将步骤1)中三个预储罐中的同时加入低速搅拌的混合反应罐中，搅拌速度控制在5-10转/分钟，反应1-2小时，使颗粒表面羟基化；

[0023] 3)将步骤2)所得溶液送入三级串联高速磨机，采用PLC控制系统，控制反应高速磨

机在55-68℃的温度下，以4500-6600转/分的转速，研磨2±0.2小时，得钙基钛乳液；

[0024] 4)将步骤3)所得钙基钛乳液送入热气流固化干燥罐，进行快速固化干燥，形成钙基钛白粉预制料；

[0025] 5)将步骤4)所得钙基钛白粉预制料送入改性研磨机，并加入3-5份的改性剂，进行改性研磨修复3-5小时，即得成品钙基钛白粉。

[0026] 实施例1

[0027] 取60份4000目的超微细碳酸钙粉体与软水按1:3的比例混合均匀于1号预储罐，取5份10000目的二氧化钛粉体与软水按1:2的比例混合均匀于2号预储罐，取1份聚羧酸钠盐和2份十二碳醇酯，并按聚羧酸钠盐与十二碳醇酯二者总重量份的2倍加入软水，均匀混合于3号预储罐；1、2、3号预储罐均混合均匀后，同时加入低速搅拌的混合反应罐中，搅拌速度控制在5转/分钟，超重反应1小时，使颗粒表面羟基化；羟基化后的溶液送入三级串联高速磨机，采用PLC控制系统，控制反应高速磨机在55℃的温度下，以4500转/分的转速，研磨1.8小时，得钙基钛乳液并送入热气流固化干燥罐，进行快速固化干燥，形成钙基钛白粉预制料；再送入改性研磨机，并加入3份聚醚改性硅油，进行改性研磨修复3小时，即得本发明的成品钙基钛白粉。经检测，样品白度达97%，吸油值29g/100 g，遮盖力35.8g/㎡。

[0028] 实施例2

[0029] 取80份5000目的超微细碳酸钙粉体与软水按1:4的比例混合均匀于1号预储罐，取7份11000目的二氧化钛粉体与软水按1:3的比例混合均匀于2号预储罐，取0.6份聚羧酸钠盐和1.5份十二碳醇酯，并按聚羧酸钠盐与十二碳醇酯二者总重量份的1.5倍加入软水，均匀混合于3号预储罐；1、2、3号预储罐均混合均匀后，同时加入低速搅拌的混合反应罐中，搅拌速度控制在8转/分钟，超重反应1.5小时，使颗粒表面羟基化；羟基化后的溶液送入三级串联高速磨机，采用PLC控制系统，控制反应高速磨机在60℃的温度下，以5000转/分的转速，研磨4小时，得钙基钛乳液并送入热气流固化干燥罐，进行快速固化干燥，形成钙基钛白粉预制料；再送入改性研磨机，并加入4份聚醚改性硅油，进行改性研磨修复4小时，即得本发明的成品钙基钛白粉。经检测，样品白度达98.2%，吸油值33g/100 g，遮盖力37.6g/㎡。

[0030] 实施例3

[0031] 取90份6000目的超微细碳酸钙粉体与软水按1:5的比例混合均匀于1号预储罐，取10份12000目的二氧化钛粉体与软水按1:4的比例混合均匀于2号预储罐，取2份聚羧酸钠盐和3份十二碳醇酯，并按聚羧酸钠盐与十二碳醇酯二者总重量份的3倍加入软水，均匀混合于3号预储罐；1、2、3号预储罐均混合均匀后，同时加入低速搅拌的混合反应罐中，搅拌速度控制在10转/分钟，超重反应2小时，使颗粒表面羟基化；羟基化后的溶液送入三级串联高速磨机，采用PLC控制系统，控制反应高速磨机在68℃的温度下，以6600转/分的转速，研磨2.2小时，得钙基钛乳液并送入热气流固化干燥罐，进行快速固化干燥，形成钙基钛白粉预制料；再送入改性研磨机，并加入5份聚醚改性硅油，进行改性研磨修复5小时，即得本发明的成品钙基钛白粉。经检测，样品白度达99%，吸油值35g/100 g，遮盖力38.8g/㎡。

[0032] 本发明的技术方案并不限制于本发明所述的实施例的范围内。本发明未详尽描述的技术内容均为公知技术。

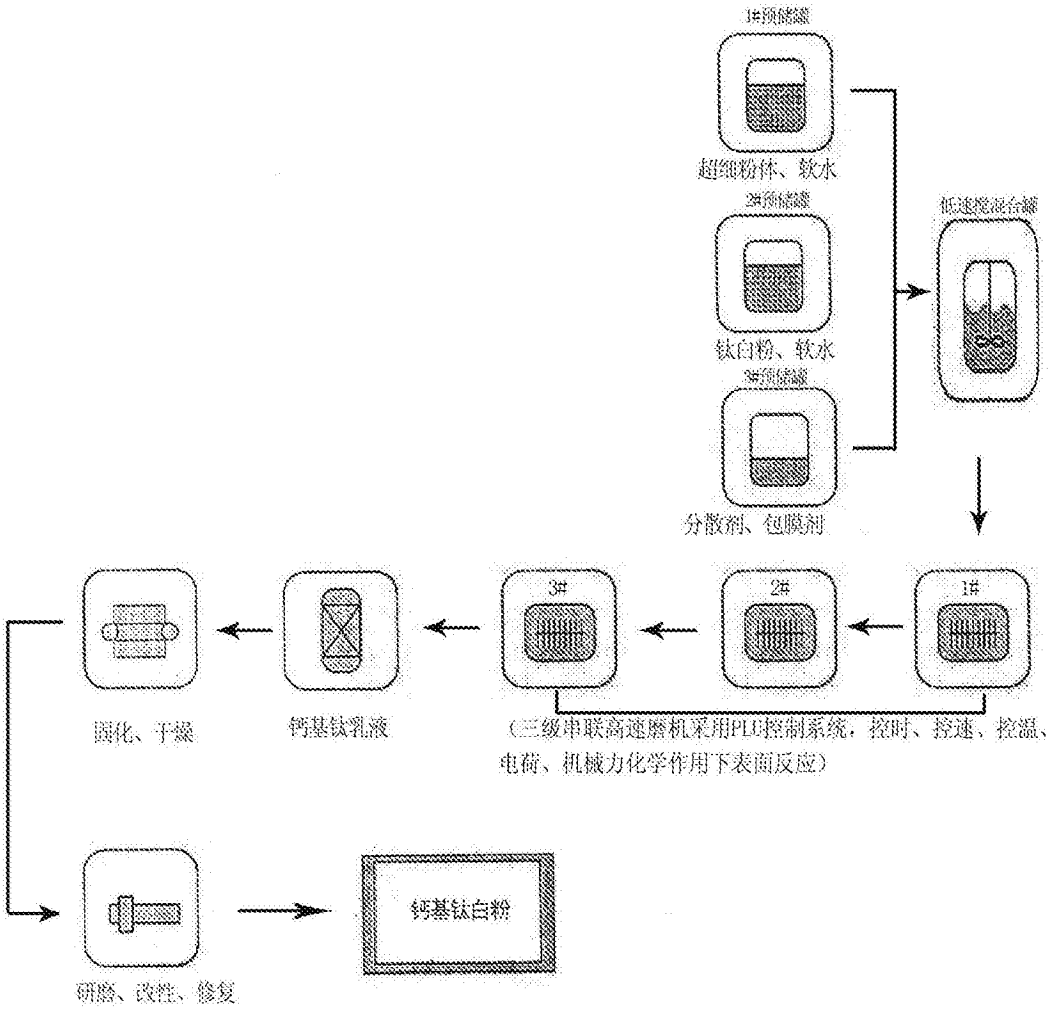

1#预储罐
超细粉体、软水
2#预储罐
钛白粉、软水
3#预储罐
分散剂、包膜剂
低速搅混合罐
1#
2#
3#
（三级串联高速磨机采用PLC控制系统，控时、控速、控温、电荷、机械力化学作用下表面反应）
钙基钛乳液
固化、干燥
研磨、改性、修复
钙基钛白粉

图1