



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109762371 A

(43)申请公布日 2019.05.17

(21)申请号 201910135711.2

(22)申请日 2019.02.25

(71)申请人 华东理工大学

地址 200237 上海市徐汇区梅陇路130号

(72)发明人 王彦华 章圣苗 夏浙安

(51)Int.Cl.

C09C 1/36(2006.01)

C09C 3/04(2006.01)

C09C 3/10(2006.01)

C09C 3/08(2006.01)

C09C 3/06(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种涤纶化纤钛白的制备方法

(57)摘要

一种涤纶化纤钛白的制备方法,其特征在于:一种涤纶化纤钛白的制备方法,其特征在于:首先制备涤纶化纤钛白的原料,然后对涤纶化纤钛白原料进行后处理方法:以重量份计将涤纶化纤钛白原料20份分散在100份的去离子水中,用高速分散机分散30~60分钟制成浆料;将浆料用研磨机研磨两遍,然后将浆料转移到搅拌釜中,用去离子水进行稀释,把稀释后的浆料连续送入卧式螺旋卸料离心分级机中进行分级,细颗粒物送入搅拌釜,用季戊四醇进行表面处理,再用碳酸铵进行絮凝,将浆料送入板框压滤机中进行过滤,滤饼105℃下进行干燥,干燥后的物料用粉碎机进行粉碎,然后包装得到涤纶聚酯用二氧化钛。

1. 一种涤纶化纤钛白的制备方法,其特征在于:首先制备涤纶化纤钛白的原料,将偏钛酸滤饼加去离子水打成浆料,用碳酸钾、磷酸和三氧化二锑进行盐处理,再经高温煅烧;对涤纶化纤钛白原料进行后处理,二氧化钛分散成水浆,进行研磨、分级去除大颗粒,然后进行有机处理、絮凝、过滤脱水、干燥、粉碎,得到涤纶聚酯用二氧化钛。

2. 根据权利要求1所述的方法,所述的制备涤纶化纤钛白的原料,其特征在于:将生产颜料级锐钛型二氧化钛工厂的漂白、水洗后的偏钛酸滤饼作为原料,对偏钛酸滤饼进行盐处理,偏钛酸滤饼的铁含量必须小于10ppm;偏钛酸滤饼盐处理的方法:将偏钛酸滤饼加去离子水打成浆料,浆料的二氧化钛(折干)浓度为250~300g/l;往浆料中加入碳酸钾,碳酸钾(以氧化钾计)的加入量为二氧化钛(折干)的0.8~1.0%,搅拌1小时;往浆料中加入磷酸,磷酸(以五氧化二磷计)的加入量为二氧化钛(折干)的0.4~0.5%,搅拌1小时;往浆料中加入三氧化二锑,三氧化二锑的加入量为二氧化钛(折干)的0.4%,搅拌1小时,得到经盐处理的偏钛酸浆料;将盐处理的偏钛酸浆料用板框压滤机过滤,去除多余的水,得到盐处理的偏钛酸滤饼;将偏钛酸滤饼在回转窑中进行煅烧,回转窑的窑头温度控制在930℃,控制窑的转速使物料在回转窑内的停留时间为10~12小时,出回转窑的二氧化钛经粉碎得到涤纶化纤钛白原料。

3. 根据权利要求1所述的方法,所述的对涤纶化纤钛白原料进行后处理,其特征在于:以重量份计将涤纶化纤钛白原料20份分散在100份的去离子水中,同时加入0.05~0.1份聚丙烯酸钠分散剂,用高速分散机分散30~60分钟制成浆料;将浆料用研磨机研磨两遍,然后将浆料转移到搅拌釜中,往浆料中加200份的去离子水进行稀释,把稀释后的浆料连续送入卧式螺旋卸料离心分级机中进行分级,去除颗粒大的物料,细颗粒物料送入搅拌釜,在不断搅拌下向浆料中加入0.1~0.2份季戊四醇,继续搅拌30分钟,向浆料中加入0.1~0.2份碳酸铵,继续搅拌10分钟,将浆料送入板框压滤机中进行过滤,滤饼105℃下进行干燥,干燥后的物料用粉碎机进行粉碎,然后包装得到涤纶聚酯用二氧化钛。

一种涤纶化纤钛白的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种涤纶化纤钛白的制备方法。

背景技术

[0002] 钛白粉是目前世界上所知的各种性能最优异的白色颜料,号称白色之王。广泛应用于涂料、塑料、造纸、油墨、橡胶、化学纤维、化妆品、医药食品等领域。

[0003] 化纤钛白是加入到化学纤维和人造纤维中,起消光作用的二氧化钛,化纤钛白使纤维表面不反光、纤维不透明和改善纤维的染色性能、手感等,是消光纤维必不可少的添加剂。

[0004] 应用范围:涤纶、锦纶、腈纶和醋酸纤维等。

[0005] 钛白粉是化学纤维的优良消光剂,在化学纤维生产过程中加入少量钛白粉,不仅可取得良好的消光效果,同时也可以提高化学纤维的强度和韧度。随着我国化学纤维尤其是聚酯纤维(涤纶)生产能力的不断快速增加,化学纤维消光用钛白粉的需求量也呈快速上升趋势。

[0006] 由于化纤如涤纶聚酯纤维生产应用的特点,决定了化纤用钛白粉的各种性能和技术特性。应用于化纤的钛白粉须是锐钛型,具有优良的白度、水性分散能力、消光能力、极少的粗大粒子、适中的粒径及较为狭窄的粒度分布,同时还必须在聚酯生产过程中特别是在缩聚过程中不发生或极少发生二次凝聚现象。所以我们用水性分散性来表征其在涤纶聚酯纤维中的分散性,水性分散性越好其在涤纶聚酯纤维中的分散性也越好。

发明内容

[0007] 一种涤纶化纤钛白的制备方法,其特征在于:首先制备涤纶化纤钛白的原料:将生产颜料级锐钛型二氧化钛工厂的漂白、水洗后的偏钛酸滤饼作为原料,对偏钛酸滤饼进行盐处理,偏钛酸滤饼的铁含量必须小于10ppm;偏钛酸滤饼盐处理的方法:将偏钛酸滤饼加去离子水打成浆料,浆料的二氧化钛(折干)浓度为250~300g/l;往浆料中加入碳酸钾,碳酸钾(以氧化钾计)的加入量为二氧化钛(折干)的0.8~1.0%,搅拌1小时;往浆料中加入磷酸,磷酸(以五氧化二磷计)的加入量为二氧化钛(折干)的0.4~0.5%,搅拌1小时;往浆料中加入三氧化二锑,三氧化二锑的加入量为二氧化钛(折干)的0.4%,搅拌1小时,得到经盐处理的偏钛酸浆料;将盐处理的偏钛酸浆料用板框压滤机过滤,去除多余的水,得到盐处理的偏钛酸滤饼;将偏钛酸滤饼在回转窑中进行煅烧,回转窑的窑头温度控制在930℃,控制窑的转速使物料在回转窑内的停留时间为10~12小时,出回转窑的二氧化钛经粉碎得到涤纶化纤钛白原料。

[0008] 涤纶化纤钛白原料的后处理方法:以重量份计将涤纶化纤钛白原料20份分散在100份的去离子水中,同时加入0.05~0.1份聚丙烯酸钠分散剂,用高速分散机分散30~60分钟制成浆料;将浆料用研磨机研磨两遍,然后将浆料转移到搅拌釜中,往浆料中加200份的去离子水进行稀释,把稀释后的浆料连续送入卧式螺旋卸料离心分级机中进行分级,去

除颗粒大的物料,细颗粒物料送入搅拌釜,在不断搅拌下向浆料中加入0.1~0.2份季戊四醇,继续搅拌30分钟,向浆料中加入0.1~0.2份碳酸铵,继续搅拌10分钟,将浆料送入板框压滤机中进行过滤,滤饼105℃下进行干燥,干燥后的物料用粉碎机进行粉碎,然后包装得到涤纶聚酯用二氧化钛。

[0009] 涤纶聚酯用二氧化钛水分散性的测试方法

(一) 操作步骤

1、称量

称取钛白粉试样15g(准至0.1g)于500ml锥形瓶中,再用量筒量取去离子水(或蒸馏水)285ml加入瓶中。

[0010] 2、分散

将锥形瓶中的浆料用磁力搅拌器搅拌30分钟。

[0011] 3、初始浆液浓度的测定

立即用移液管吸取分散后的浆料10ml,放入已恒重的称量瓶中并精确称量浆液重量(W_1),然后放到130—140℃烘箱中干燥4小时以上,水份完全蒸发后,放进常温干燥器中冷却,精确称量残留物重量(W_2)。

[0012] 4、静置沉降

将剩余分散浆液装入测定分散性用的量筒(250ml)中,使液位高200mm,静置沉降5小时。

[0013] 5、取样

用吸液器将静置后的分散液,从液面开始吸取170ml液体,放入500ml的三角烧瓶中。吸取浆液时,注意不要振动沉降管,并且在吸液器一直接触液面的状态下,连空气一同吸入。

[0014] 6、沉降后分散液浓度的测定

将吸取的分散浆料在震荡机上震荡30分钟后(或者采用机械搅拌器搅拌30分钟),立即吸取10ml装入已恒重的称量瓶中,精确称量浆液重量(W_3),然后放到130—140℃烘箱中干燥4小时以上,使水份完全蒸发后,放进常温干燥器中冷却,精确称量残留物重量(W_4)。

[0015] (二) 计算

按照以下公式计算水分散性:

$$\text{水分散性 (\%)} = \frac{W_1 W_4}{W_2 W_3} \times 100\%$$

W_1 : 静置前10ml初始浆料的重量;

W_2 : W_1 中 TiO_2 的重量;

W_3 : 静置5小时后10ml浆料的重量;

W_4 : W_3 中 TiO_2 的重量。

[0016] (三) 同时做平行样,平行误差不得大于5%。

[0017]

具体实施方式

[0018] 实施例1

将100吨二氧化钛含量35%、铁含量5ppm偏钛酸滤饼加去离子水打成浆料,浆料的二氧化钛(折干)浓度为280g/l;往浆料中加入碳酸钾280公斤,搅拌1小时;往浆料中加入磷酸140公斤,搅拌1小时;往浆料中加入三氧化二锑140公斤,搅拌1小时;将盐处理的偏钛酸浆料用板框压滤机过滤,去除多余的水,得到盐处理的偏钛酸滤饼;将偏钛酸滤饼在回转窑中进行煅烧,回转窑的窑头温度控制在930℃,控制窑的转速使物料在回转窑内的停留时间为10小时,出回转窑的二氧化钛经粉碎得到涤纶化纤钛白原料。

[0019] 将涤纶化纤钛白原料200kg分散在1000kg的去离子水中,同时加入0.5kg聚丙烯酸钠分散剂,用高速分散机分散30分钟制成浆料;将浆料用研磨机研磨两遍,然后将浆料转移到搅拌釜中,往浆料中加2000kg的去离子水进行稀释,把稀释后的浆料连续送入卧式螺旋卸料离心分级机中进行分级,去除颗粒大的物料,细颗粒物料送入搅拌釜,在不断搅拌下向浆料中加入1kg季戊四醇,继续搅拌30分钟,向浆料中加入1kg碳酸铵,继续搅拌10分钟,将浆料送入板框压滤机中进行过滤,滤饼105℃下进行干燥,干燥后的物料用粉碎机进行粉碎,然后包装得到涤纶聚酯用二氧化钛。

[0020] 实施例2

将100吨二氧化钛含量35%、铁含量5ppm偏钛酸滤饼加去离子水打成浆料,浆料的二氧化钛(折干)浓度为280g/l;往浆料中加入碳酸钾350公斤,搅拌1小时;往浆料中加入磷酸175公斤,搅拌1小时;往浆料中加入三氧化二锑140公斤,搅拌1小时;将盐处理的偏钛酸浆料用板框压滤机过滤,去除多余的水,得到盐处理的偏钛酸滤饼;将偏钛酸滤饼在回转窑中进行煅烧,回转窑的窑头温度控制在930℃,控制窑的转速使物料在回转窑内的停留时间为12小时,出回转窑的二氧化钛经粉碎得到涤纶化纤钛白原料。

[0021] 将涤纶化纤钛白原料200kg分散在1000kg的去离子水中,同时加入1kg聚丙烯酸钠分散剂,用高速分散机分散60分钟制成浆料;将浆料用研磨机研磨两遍,然后将浆料转移到搅拌釜中,往浆料中加2000kg的去离子水进行稀释,把稀释后的浆料连续送入卧式螺旋卸料离心分级机中进行分级,去除颗粒大的物料,细颗粒物料送入搅拌釜,在不断搅拌下向浆料中加入2kg季戊四醇,继续搅拌30分钟,向浆料中加入2kg碳酸铵,继续搅拌10分钟,将浆料送入板框压滤机中进行过滤,滤饼105℃下进行干燥,干燥后的物料用粉碎机进行粉碎,然后包装得到涤纶聚酯用二氧化钛。

[0022] 实施例3

将100吨二氧化钛含量35%、铁含量5ppm偏钛酸滤饼加去离子水打成浆料,浆料的二氧化钛(折干)浓度为280g/l;往浆料中加入碳酸钾350公斤,搅拌1小时;往浆料中加入磷酸140公斤,搅拌1小时;往浆料中加入三氧化二锑140公斤,搅拌1小时;将盐处理的偏钛酸浆料用板框压滤机过滤,去除多余的水,得到盐处理的偏钛酸滤饼;将偏钛酸滤饼在回转窑中进行煅烧,回转窑的窑头温度控制在930℃,控制窑的转速使物料在回转窑内的停留时间为11小时,出回转窑的二氧化钛经粉碎得到涤纶化纤钛白原料。

[0023] 将涤纶化纤钛白原料200kg分散在1000kg的去离子水中,同时加入0.7kg聚丙烯酸钠分散剂,用高速分散机分散40分钟制成浆料;将浆料用研磨机研磨两遍,然后将浆料转移到搅拌釜中,往浆料中加2000kg的去离子水进行稀释,把稀释后的浆料连续送入卧式螺旋卸料离心分级机中进行分级,去除颗粒大的物料,细颗粒物料送入搅拌釜,在不断搅拌下向浆料中加入1.2kg季戊四醇,继续搅拌30分钟,向浆料中加入1.2kg碳酸铵,继续搅拌10分

钟,将浆料送入板框压滤机中进行过滤,滤饼105℃下进行干燥,干燥后的物料用粉碎机进行粉碎,然后包装得到涤纶聚酯用二氧化钛。

[0024] 实施例4

将100吨二氧化钛含量35%、铁含量5ppm偏钛酸滤饼加去离子水打成浆料,浆料的二氧化钛(折干)浓度为280g/l;往浆料中加入碳酸钾280公斤,搅拌1小时;往浆料中加入磷酸175公斤,搅拌1小时;往浆料中加入三氧化二锑140公斤,搅拌1小时;将盐处理的偏钛酸浆料用板框压滤机过滤,去除多余的水,得到盐处理的偏钛酸滤饼;将偏钛酸滤饼在回转窑中进行煅烧,回转窑的窑头温度控制在930℃,控制窑的转速使物料在回转窑内的停留时间为12小时,出回转窑的二氧化钛经粉碎得到涤纶化纤钛白原料。

[0025] 将涤纶化纤钛白原料200kg分散在1000kg的去离子水中,同时加入0.8kg聚丙烯酸钠分散剂,用高速分散机分散50分钟制成浆料;将浆料用研磨机研磨两遍,然后将浆料转移到搅拌釜中,往浆料中加2000kg的去离子水进行稀释,把稀释后的浆料连续送入卧式螺旋卸料离心分级机中进行分级,去除颗粒大的物料,细颗粒物料送入搅拌釜,在不断搅拌下向浆料中加入1.5kg季戊四醇,继续搅拌30分钟,向浆料中加入1.5kg碳酸铵,继续搅拌10分钟,将浆料送入板框压滤机中进行过滤,滤饼105℃下进行干燥,干燥后的物料用粉碎机进行粉碎,然后包装得到涤纶聚酯用二氧化钛。

[0026] 实施例5

将100吨二氧化钛含量35%、铁含量5ppm偏钛酸滤饼加去离子水打成浆料,浆料的二氧化钛(折干)浓度为280g/l;往浆料中加入碳酸钾315公斤,搅拌1小时;往浆料中加入磷酸160公斤,搅拌1小时;往浆料中加入三氧化二锑140公斤,搅拌1小时;将盐处理的偏钛酸浆料用板框压滤机过滤,去除多余的水,得到盐处理的偏钛酸滤饼;将偏钛酸滤饼在回转窑中进行煅烧,回转窑的窑头温度控制在930℃,控制窑的转速使物料在回转窑内的停留时间为11小时,出回转窑的二氧化钛经粉碎得到涤纶化纤钛白原料。

[0027] 将涤纶化纤钛白原料200kg分散在1000kg的去离子水中,同时加入0.6kg聚丙烯酸钠分散剂,用高速分散机分散45分钟制成浆料;将浆料用研磨机研磨两遍,然后将浆料转移到搅拌釜中,往浆料中加2000kg的去离子水进行稀释,把稀释后的浆料连续送入卧式螺旋卸料离心分级机中进行分级,去除颗粒大的物料,细颗粒物料送入搅拌釜,在不断搅拌下向浆料中加入1.7kg季戊四醇,继续搅拌30分钟,向浆料中加入1.7kg碳酸铵,继续搅拌10分钟,将浆料送入板框压滤机中进行过滤,滤饼105℃下进行干燥,干燥后的物料用粉碎机进行粉碎,然后包装得到涤纶聚酯用二氧化钛。

[0028] 实施例6

将100吨二氧化钛含量35%、铁含量5ppm偏钛酸滤饼加去离子水打成浆料,浆料的二氧化钛(折干)浓度为280g/l;往浆料中加入碳酸钾340公斤,搅拌1小时;往浆料中加入磷酸170公斤,搅拌1小时;往浆料中加入三氧化二锑140公斤,搅拌1小时;将盐处理的偏钛酸浆料用板框压滤机过滤,去除多余的水,得到盐处理的偏钛酸滤饼;将偏钛酸滤饼在回转窑中进行煅烧,回转窑的窑头温度控制在930℃,控制窑的转速使物料在回转窑内的停留时间为12小时,出回转窑的二氧化钛经粉碎得到涤纶化纤钛白原料。

[0029] 将涤纶化纤钛白原料200kg分散在1000kg的去离子水中,同时加入0.9kg聚丙烯酸钠分散剂,用高速分散机分散55分钟制成浆料;将浆料用研磨机研磨两遍,然后将浆料转移

到搅拌釜中,往浆料中加2000kg的去离子水进行稀释,把稀释后的浆料连续送入卧式螺旋卸料离心分级机中进行分级,去除颗粒大的物料,细颗粒物料送入搅拌釜,在不断搅拌下向浆料中加入1.8kg季戊四醇,继续搅拌30分钟,向浆料中加入1.8kg碳酸铵,继续搅拌10分钟,将浆料送入板框压滤机中进行过滤,滤饼105℃下进行干燥,干燥后的物料用粉碎机进行粉碎,然后包装得到涤纶聚酯用二氧化钛。

[0030] 实施例7

	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6	市售涤纶用TiO ₂
水分散性%	98.1	97.2	97.9	98.4	97.8	98.6	96.5