



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116478560 A

(43) 申请公布日 2023. 07. 25

(21) 申请号 202310294156.4

(22) 申请日 2023.03.24

(71) 申请人 瑞彩科技股份有限公司

地址 336000 江西省宜春市经济开发区

(72) 发明人 吴昌梓 丁小平 吴昊 吴万琛

(74) 专利代理机构 无锡风创知识产权代理事务

所(特殊普通合伙) 32461

专利代理师 李燕麦

(51) Int. Cl.

C09C 1/00 (2006.01)

C09C 3/06 (2006.01)

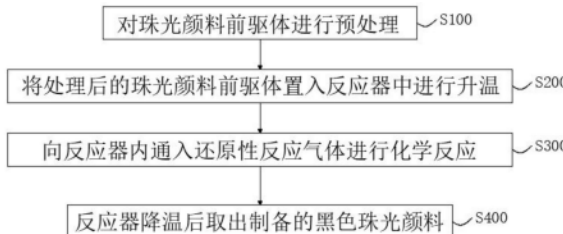
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

一种黑色珠光颜料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种黑色珠光颜料及其制备方法,属于珠光颜料技术领域,所述黑色珠光颜料由珠光颜料前驱体制成,所述黑色珠光颜料含有亚氧化钛,所述珠光颜料前驱体为二氧化钛包覆介质的珠光颜料。本发明中,通过将珠光颜料的二氧化钛还原为亚氧化钛,利用亚氧化钛的黑色颜料特性,制备出黑色珠光颜料,未外加包覆改性物质或复杂混合氧化物,最大化保持了珠光颜料的纯度,保证同时获得优异的黑度和亮度,通过采用气相还原技术对珠光颜料前驱体进行表面还原处理,设计流动粉体强化还原过程,降低还原温度,提高还原效率,使其工艺简单、经济性好及绿色环保,同时珠光颜料应用于静电粉末涂料,获得高上粉率和优异的喷涂效果。



1. 一种黑色珠光颜料,其特征在於,所述黑色珠光颜料由珠光颜料前驱体制成,所述黑色珠光颜料含有亚氧化钛,所述珠光颜料前驱体为二氧化钛包覆介质的珠光颜料。

2. 根据权利要求1所述的一种黑色珠光颜料,其特征在於:所述珠光颜料前驱体中片状基材为天然云母、合成云母、二氧化硅和氧化铝中的一种或几种;

所述珠光颜料前驱体的粒径为5~125 μm ,所述珠光颜料前驱体的径厚比 ≥ 50 。

3. 根据权利要求1所述的一种黑色珠光颜料,其特征在於:所述黑色珠光颜料中的二氧化钛全部或部分被还原为亚氧化钛。

4. 根据权利要求3所述的一种黑色珠光颜料,其特征在於:所述亚氧化钛的含量为50~100%。

5. 根据权利要求1-4任一项所述的一种黑色珠光颜料的制备方法,其特征在於,包括以下步骤:

S100、对珠光颜料前驱体进行筛分处理,使珠光颜料前驱体的粒径为10~60 μm ,珠光颜料前驱体的径厚比 ≥ 50 ;

S200、将筛分处理后的珠光颜料前驱体置入反应器中,设置反应器升温至一定温度后维持恒温状态,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态;

S300、向反应器内通入还原性反应气体,与珠光颜料前驱体粉末充分接触,发生反应,持续一定反应时间;

S400、待反应器降温后取出制备的黑色珠光颜料。

6. 根据权利要求5所述的一种黑色珠光颜料的制备方法,其特征在於:所述S300中,还原性反应气体为氢气、一氧化碳、甲烷的一种或几种与氮气、氩气中的一种或两种的混合气体。

7. 根据权利要求6所述的一种黑色珠光颜料的制备方法,其特征在於:所述氢气、一氧化碳、甲烷的气体百分比不超过10%。

8. 根据权利要求5所述的一种黑色珠光颜料的制备方法,其特征在於:所述反应器为流化床、振动床、回转炉中的一种;

所述反应器的操作气体为氮气、氩气和空气中的一种或几种;

所述流化床的操作气速为0.05~0.5m/s;

所述振动床的振动敲击频率为60-300次/分钟;

所述回转炉的旋转速率为5~60r/min。

9. 根据权利要求5所述的一种黑色珠光颜料的制备方法,其特征在於:所述S300中,反应器内化学反应温度为400~700 $^{\circ}\text{C}$;

所述改性化学反应持续时间为30~120min。

10. 根据权利要求1-4任一项所述的一种黑色珠光颜料,其特征在於:所述黑色珠光颜料在静电粉末喷涂、油漆、塑料、皮革或壁纸中应用。

一种黑色珠光颜料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于珠光颜料技术领域,具体为一种黑色珠光颜料及其制备方法。

背景技术

[0002] 珠光颜料是一种光学效应颜料,具有金属颜料的闪光效果,又能产生天然珍珠的柔和色泽,在受到阳光照射时,能产生多层次的反射,反射光相互作用而呈现出柔和夺目或五彩缤纷光泽及色彩,珠光颜料具有遮盖力强、折射率高、优异化学稳定性、色彩丰富、耐酸碱、无毒等特点,已广泛应用于涂料、塑料、橡胶、油墨、纸张、纺织品、化妆品、装饰品、工艺品、皮革、搪瓷、陶瓷、包装用品、印刷装潢和建筑材料等诸多领域,珠光颜料是由较高折光指数的物质所构成的,它在低折光指数的环境介质中起干涉滤光片的作用。这些滤光片将某一合适角度到达不同折光指数材料界面间的入射光分为补色的反射光和透射光部分(其他角度入射光也能被吸收和反射),这种效应与我们日常生活中观察到的,如肥皂泡、溢出的油类和珍珠的颜色等现象是相同的。

[0003] 云母钛珠光颜料是研究最广泛、技术最成熟的一类珠光颜料,由于二氧化钛和云母基材的折射率不同,通过光线的多重反射与干涉作用产生较好的珠光效应、色彩效应和视角闪色效应,随着社会和经济的发展,人们对美及色彩产生了更高层次的追求,珠光颜料的行业发展十分迅猛。

[0004] 在颜料中,黑色颜料是应用极为广泛的颜料,主要包括碳黑、亚氧化钛、铁锰黑、氧化铁黑和铜铬黑等,相比之下,黑色珠光颜料的种类和市场要少很多,目前市场上黑色珠光颜料产品主要有以下两类:一是以有机色素“染黑”珠光颜料。

[0005] 例如专利CN106009784B报道了炭黑与珠光颜料通过化学结合或者物理吸附方式形成黑色珠光颜料,但是由于黑度与亮度很难匹配,容易发生色迁移,该产品容易存在质量问题,而且热稳定性差;二是黑色金属氧化物“包覆”型珠光颜料,通过在片状基材表面包覆一层黑色复合型金属氧化物如铁钴复合物(专利CN109054457B)、四氧化三铁、铁锰黑(专利CN114316630A)、铜铬黑、铜铁锰黑等,以金属氧化物的本色形成黑色珠光,该类产品的黑度和亮度相对较差。

[0006] 因此,上述产品的应用领域受到一定的限制。

发明内容

[0007] (一)解决的技术问题

[0008] 为了克服现有技术的上述缺陷,本发明提供了一种黑色珠光颜料及其制备方法,解决了现有黑色珠光颜料存在的黑度和亮度难以匹配、热温度性差的问题,本方案制备方法工艺简单,经济性好,绿色环保,适用于大规模制备黑色珠光颜料。

[0009] (二)技术方案

[0010] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:一种黑色珠光颜料,所述黑色珠光颜料由珠光颜料前驱体制成,所述黑色珠光颜料含有亚氧化钛,所述珠光颜料前驱体为二氧

化钛包覆介质的珠光颜料。

[0011] 作为本发明的进一步方案:所述珠光颜料前驱体中片状基材为天然云母、合成云母、二氧化硅和氧化铝中的一种或几种。

[0012] 优选的,所述珠光颜料前驱体的粒径为5~125 μm ,更优地,所述珠光颜料前驱体的粒径为10~60 μm ,优选的,所述珠光颜料前驱体的径厚比 ≥ 50 。

[0013] 作为本发明的进一步方案:所述黑色珠光颜料中的二氧化钛全部或部分被还原为亚氧化钛。

[0014] 作为本发明的进一步方案:所述亚氧化钛的含量为50~100%,优选地,所述亚氧化钛的含量为80~90%。

[0015] 一种黑色珠光颜料的制备方法,包括以下步骤:

[0016] S100、对珠光颜料前驱体进行筛分处理,使珠光颜料前驱体的粒径为10~60 μm ,珠光颜料前驱体的径厚比 ≥ 50 。

[0017] S200、将筛分处理后的珠光颜料前驱体置入反应器中,设置反应器升温至一定温度后维持恒温状态,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态。

[0018] S300、向反应器内通入还原性反应气体,与珠光颜料前驱体粉末充分接触,发生反应,持续一定反应时间。

[0019] S400、待反应器降温后取出制备的黑色珠光颜料。

[0020] 作为本发明的进一步方案:所述S300中,还原性反应气体为氢气、一氧化碳、甲烷的一种或几种与氮气、氩气中的一种或两种的混合气体。

[0021] 作为本发明的进一步方案:所述氢气、一氧化碳、甲烷的气体百分比不超过10%,优选地,所述氢气、一氧化碳、甲烷的气体百分比不超过5%。

[0022] 作为本发明的进一步方案:所述反应器为流化床、振动床、回转炉中的一种。

[0023] 所述反应器的操作气体为氮气、氩气和空气中的一种或几种。

[0024] 所述流化床的操作气速为0.05~0.5m/s。

[0025] 所述振动床的振动敲击频率为60-300次/分钟。

[0026] 所述回转炉的旋转速率为5~60r/min。

[0027] 作为本发明的进一步方案:所述S300中,反应器内化学反应温度为400~700 $^{\circ}\text{C}$,优选地,所述改性化学反应温度为500~600 $^{\circ}\text{C}$ 。

[0028] 所述改性化学反应持续时间为30~120min,优选地,所述改性化学反应持续时间为60~90min。

[0029] 作为本发明的进一步方案:所述黑色珠光颜料在静电粉末喷涂、油漆、塑料、皮革或壁纸中应用。

[0030] (三)有益效果

[0031] 与现有技术相比,本发明的有益效果在于:

[0032] 1、本发明中,通过将珠光颜料的二氧化钛还原为亚氧化钛,利用亚氧化钛的黑色颜料特性,制备出黑色珠光颜料,未外加包覆改性物质或复杂混合氧化物,最大化保持了珠光颜料的纯度,保证同时获得优异的黑度和亮度。

[0033] 2、本发明中,通过采用气相还原技术对珠光颜料前驱体进行表面还原处理,设计流动粉体强化还原过程,降低还原温度,提高还原效率,使其工艺简单、经济性好及绿色环

保,同时珠光颜料应用于静电粉末涂料,获得高上粉率和优异的喷涂效果。

附图说明

- [0034] 图1为本发明流程示意图;
[0035] 图2为本发明珠光颜料前驱体的预处理示意图;
[0036] 图3为本发明反应器调控的示意框图;
[0037] 图4为本发明步骤S300的原理示意图。

具体实施方式

- [0038] 下面结合具体实施方式对本专利的技术方案作进一步详细地说明。
- [0039] 如图1-4所示,本发明提供一种技术方案:一种黑色珠光颜料,黑色珠光颜料由珠光颜料前驱体制成,黑色珠光颜料含有亚氧化钛,珠光颜料前驱体为二氧化钛包覆介质的珠光颜料。
- [0040] 珠光颜料前驱体中片状基材为天然云母、合成云母、二氧化硅和氧化铝中的一种或几种。
- [0041] 优选的,珠光颜料前驱体的粒径为 $5\sim 125\mu\text{m}$,更优地,珠光颜料前驱体的粒径为 $10\sim 60\mu\text{m}$,优选的,珠光颜料前驱体的径厚比 ≥ 50 。
- [0042] 黑色珠光颜料中的二氧化钛全部或部分被还原为亚氧化钛。
- [0043] 亚氧化钛的含量为 $50\sim 100\%$,优选地,亚氧化钛的含量为 $80\sim 90\%$ 。
- [0044] 一种黑色珠光颜料的制备方法,包括以下步骤:
- [0045] S100、对珠光颜料前驱体进行筛分处理,使珠光颜料前驱体的粒径为 $10\sim 60\mu\text{m}$,珠光颜料前驱体的径厚比 ≥ 50 。
- [0046] S200、将筛分处理后的珠光颜料前驱体置入反应器中,设置反应器升温至一定温度后维持恒温状态,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态。
- [0047] S300、向反应器内通入还原性反应气体,与珠光颜料前驱体粉末充分接触,发生反应,持续一定反应时间。
- [0048] S400、待反应器降温后取出制备的黑色珠光颜料。
- [0049] S300中,还原性反应气体为氢气、一氧化碳、甲烷的一种或几种与氮气、氩气中的一种或两种的混合气体。
- [0050] 氢气、一氧化碳、甲烷的气体百分比不超过 10% ,优选地,氢气、一氧化碳、甲烷的气体百分比不超过 5% 。
- [0051] 反应器为流化床、振动床、回转炉中的一种。
- [0052] 反应器的操作气体为氮气、氩气和空气中的一种或几种。
- [0053] 流化床的操作气速为 $0.05\sim 0.5\text{m/s}$ 。
- [0054] 振动床的振动敲击频率为 $60\sim 300$ 次/分钟。
- [0055] 回转炉的旋转速率为 $5\sim 60\text{r/min}$ 。
- [0056] S300中,反应器内化学反应温度为 $400\sim 700^\circ\text{C}$,优选地,改性化学反应温度为 $500\sim 600^\circ\text{C}$ 。
- [0057] 改性化学反应持续时间为 $30\sim 120\text{min}$,优选地,改性化学反应持续时间为 $60\sim$

90min。

[0058] 黑色珠光颜料在静电粉末喷涂、油漆、塑料、皮革或壁纸中应用。

[0059] 实施例1

[0060] 一种黑色珠光颜料的制备方法,包括以下步骤:

[0061] S100、对珠光颜料前驱体进行筛分处理,使珠光颜料前驱体的粒径为10~60 μm 。

[0062] S200、将筛分处理后的珠光颜料前驱体置入反应器中,设置反应器升温至一定温度后维持恒温状态,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态。

[0063] S300、向反应器内通入还原性反应气体,与珠光颜料前驱体粉末充分接触,发生反应,持续一定反应时间。

[0064] S400、待反应器降温后取出制备的黑色珠光颜料。

[0065] 选取含二氧化钛的天然云母基材珠光颜料(粒径为5 μm ,径厚比 ≥ 50)作为前驱体,设置流化床反应器升温至400 $^{\circ}\text{C}$ 后维持恒温状态,将珠光颜料前驱体粉末置入反应器中,以氮气为反应器的操作气体,操作气速为0.05m/s,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态;通入氢气,氢气的气体百分比是10%,与珠光颜料前驱体粉末充分接触;发生反应,持续一定反应时间30min;反应器降温后取出改性后的黑色珠光颜料。

[0066] 制备的黑色珠光颜料经分析表征发现,亚氧化钛含量为50%。

[0067] 实施例2

[0068] 一种黑色珠光颜料的制备方法,包括以下步骤:

[0069] S100、对珠光颜料前驱体进行筛分处理,使珠光颜料前驱体的粒径为10~60 μm 。

[0070] S200、将筛分处理后的珠光颜料前驱体置入反应器中,设置反应器升温至一定温度后维持恒温状态,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态。

[0071] S300、向反应器内通入还原性反应气体,与珠光颜料前驱体粉末充分接触,发生反应,持续一定反应时间。

[0072] S400、待反应器降温后取出制备的黑色珠光颜料。

[0073] 选取含二氧化钛的合成云母基材珠光颜料(粒径为125 μm ,径厚比 ≥ 60)作为前驱体,设置振动床反应器升温至700 $^{\circ}\text{C}$ 后维持恒温状态,将珠光颜料前驱体粉末置入反应器中,以氩气为反应器的操作气体,操作气速为0.5m/s,振动床的振动敲击频率为60次/分钟,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态;通入一氧化碳,一氧化碳的气体百分比是7%,与珠光颜料前驱体粉末充分接触;发生反应,持续一定反应时间120min;反应器降温后取出改性后的黑色珠光颜料。

[0074] 制备的黑色珠光颜料经分析表征发现,亚氧化钛含量为100%。

[0075] 实施例3

[0076] 一种黑色珠光颜料的制备方法,包括以下步骤:

[0077] S100、对珠光颜料前驱体进行筛分处理,使珠光颜料前驱体的粒径为10~60 μm 。

[0078] S200、将筛分处理后的珠光颜料前驱体置入反应器中,设置反应器升温至一定温度后维持恒温状态,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态。

[0079] S300、向反应器内通入还原性反应气体,与珠光颜料前驱体粉末充分接触,发生反应,持续一定反应时间。

[0080] S400、待反应器降温后取出制备的黑色珠光颜料。

[0081] 选取含二氧化钛的天然云母基材珠光颜料(粒径为 $25\mu\text{m}$,径厚比 ≥ 70)作为前驱体,设置流化床反应器升温至 600°C 后维持恒温状态,将珠光颜料前驱体粉末置入反应器中,以空气为反应器的操作气体,操作气速为 0.5m/s ,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态;通入甲烷,甲烷的气体百分比是 5% ,与珠光颜料前驱体粉末充分接触;发生反应,持续一定反应时间 66min ;反应器降温后取出改性后的黑色珠光颜料。

[0082] 制备的黑色珠光颜料经分析表征发现,亚氧化钛含量为 80% 。

[0083] 实施例4

[0084] 一种黑色珠光颜料的制备方法,包括以下步骤:

[0085] S100、对珠光颜料前驱体进行筛分处理,使珠光颜料前驱体的粒径为 $10\sim 60\mu\text{m}$ 。

[0086] S200、将筛分处理后的珠光颜料前驱体置入反应器中,设置反应器升温至一定温度后维持恒温状态,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态。

[0087] S300、向反应器内通入还原性反应气体,与珠光颜料前驱体粉末充分接触,发生反应,持续一定反应时间。

[0088] S400、待反应器降温后取出制备的黑色珠光颜料。

[0089] 选取含二氧化钛的二氧化硅基材珠光颜料(粒径为 $60\mu\text{m}$,径厚比 ≥ 100)作为前驱体,设置振动床反应器升温至 500°C 后维持恒温状态,将珠光颜料前驱体粉末置入反应器中,以氩气为反应器的操作气体,操作气速为 0.1m/s ,振动床的振动敲击频率为 300次/分钟 ,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态;通入氢气,氢气的气体百分比是 4% ,与珠光颜料前驱体粉末充分接触;发生反应,持续一定反应时间 100min ;反应器降温后取出改性后的黑色珠光颜料。

[0090] 制备的黑色珠光颜料经分析表征发现,亚氧化钛含量为 90% 。

[0091] 实施例5

[0092] 一种黑色珠光颜料的制备方法,包括以下步骤:

[0093] S100、对珠光颜料前驱体进行筛分处理,使珠光颜料前驱体的粒径为 $10\sim 60\mu\text{m}$ 。

[0094] S200、将筛分处理后的珠光颜料前驱体置入反应器中,设置反应器升温至一定温度后维持恒温状态,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态。

[0095] S300、向反应器内通入还原性反应气体,与珠光颜料前驱体粉末充分接触,发生反应,持续一定反应时间。

[0096] S400、待反应器降温后取出制备的黑色珠光颜料。

[0097] 选取含二氧化钛的氧化铝基材珠光颜料(粒径为 $20\mu\text{m}$,径厚比 ≥ 50)作为前驱体,设置回转炉反应器升温至 650°C 后维持恒温状态,将珠光颜料前驱体粉末置入反应器中,以空气为反应器的操作气体,操作气速为 0.3m/s ,回转炉的旋转速率为 5r/min ,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态;通入一氧化碳,一氧化碳的气体百分比是 6% ,与珠光颜料前驱体粉末充分接触;发生反应,持续一定反应时间 95min ;反应器降温后取出改性后的黑色珠光颜料。

[0098] 制备的黑色珠光颜料经分析表征发现,亚氧化钛含量为 78% 。

[0099] 实施例6

[0100] 一种黑色珠光颜料的制备方法,包括以下步骤:

[0101] S100、对珠光颜料前驱体进行筛分处理,使珠光颜料前驱体的粒径为 $10\sim 60\mu\text{m}$ 。

[0102] S200、将筛分处理后的珠光颜料前驱体置入反应器中,设置反应器升温至一定温度后维持恒温状态,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态。

[0103] S300、向反应器内通入还原性反应气体,与珠光颜料前驱体粉末充分接触,发生反应,持续一定反应时间。

[0104] S400、待反应器降温后取出制备的黑色珠光颜料。

[0105] 选取含二氧化钛的合成云母基材珠光颜料(粒径为 $10\mu\text{m}$,径厚比 ≥ 100)作为前驱体,设置回转炉反应器升温至 450°C 后维持恒温状态,将珠光颜料前驱体粉末置入反应器中,以空气为反应器的操作气体,操作气速为 0.4m/s ,回转炉的旋转速率为 60r/min ,调节操控参数使珠光颜料前驱体粉体处于不断运动状态;通入氢气,氢气的气体百分比是 10% ,与珠光颜料前驱体粉末充分接触;发生反应,持续一定反应时间 110min ;反应器降温后取出改性后的黑色珠光颜料。

[0106] 制备的黑色珠光颜料经分析表征发现,亚氧化钛含量为 95% 。

[0107] 根据实施例1-6得出下表:

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6
[0108] 亚氧化钛含量	50%	100%	80%	90%	78%	95%

[0109] 由上表得知:亚氧化钛含量在不同反应器及条件的基础上所得到的含量。

[0110] 综上所述:

[0111] 通过将珠光颜料的二氧化钛还原为亚氧化钛,利用亚氧化钛的黑色颜料特性,制备出黑色珠光颜料,未外加包覆改性物质或复杂混合氧化物,最大化保持了珠光颜料的纯度,保证同时获得优异的黑度和亮度。

[0112] 通过采用气相还原技术对珠光颜料前驱体进行表面还原处理,设计流动粉体强化还原过程,降低还原温度,提高还原效率,使其工艺简单、经济性好及绿色环保,同时珠光颜料应用于静电粉末涂料,获得高上粉率和优异的喷涂效果。

[0113] 最后应说明的几点是:虽然,上文中已经用一般性说明及具体实施例对本发明作了详尽的描述,但在本发明的基础上,以上各实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述各实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分或者全部技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的范围。

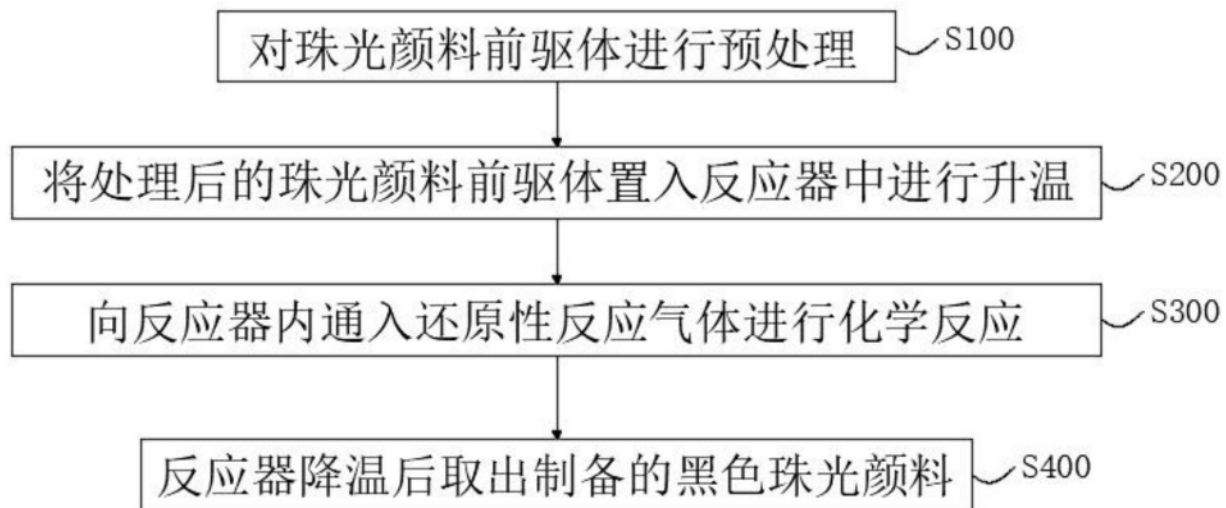


图1

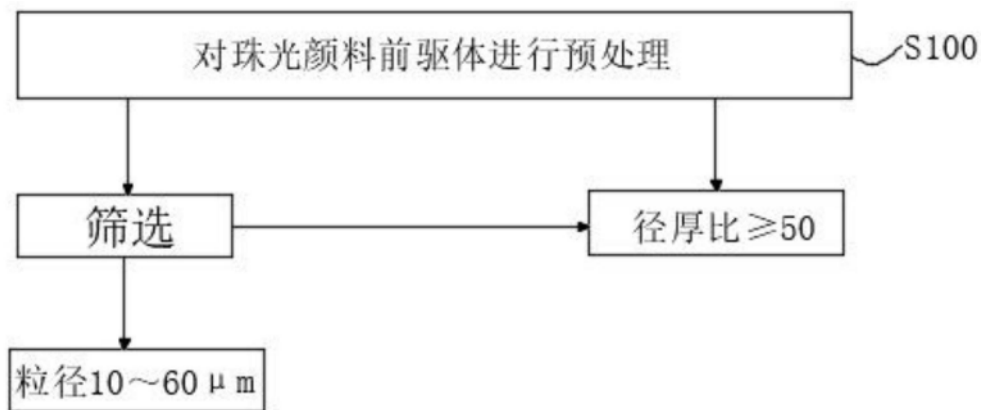


图2

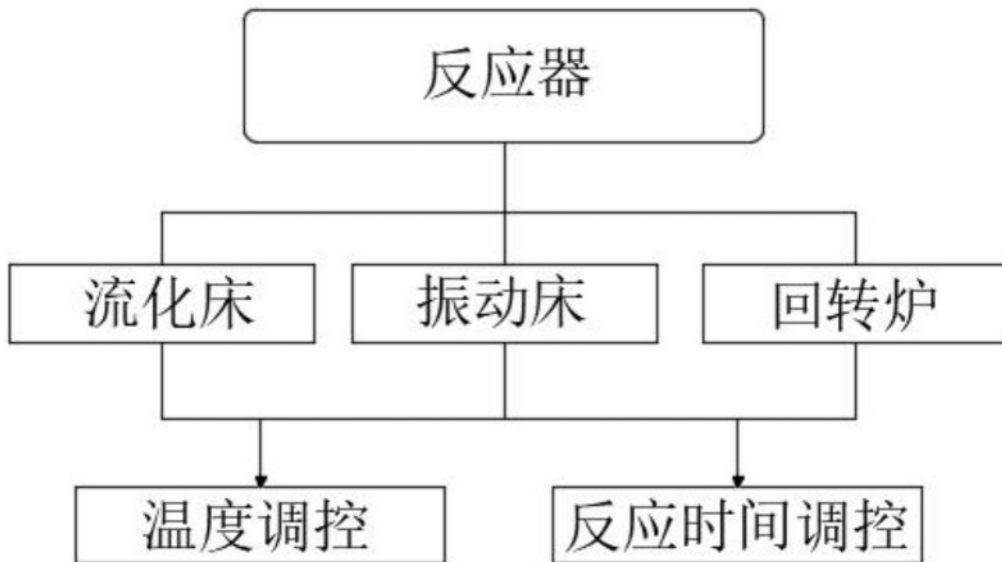


图3

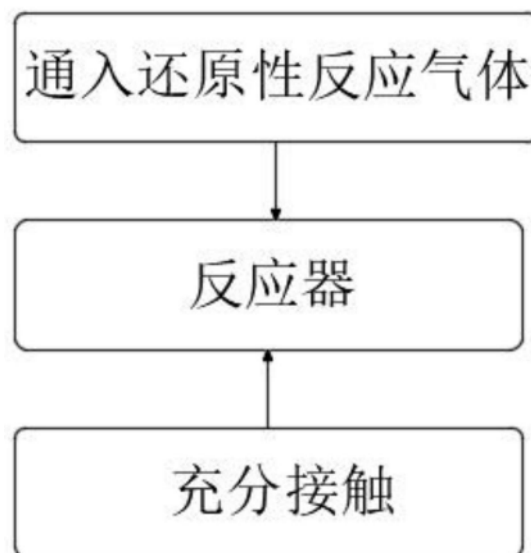


图4