

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

C09C 1/00

C09C 3/12



## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410010634.1

[43] 公开日 2005 年 7 月 20 日

[11] 公开号 CN 1640945A

[22] 申请日 2004.1.10

[21] 申请号 200410010634.1

[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

地址 130031 吉林省长春市东南湖大路 16 号

[72] 发明人 赵成久

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司

代理人 王立伟

权利要求书 1 页 说明书 3 页

[54] 发明名称 红色无机硫化物颜料及其制备方法

[57] 摘要

本发明提供一种红色无机硫化物颜料及其制备方法和用途,属于无机化工颜料领域,所述的红色无机颜料由  $M_2S_3$  表示,其中 M、S 和助溶剂各组分配比为重量百分比,其中 M(40 - 55%), S(44 - 60%), 助溶剂(2 - 5%), 将装好料的石英管用带有进气,排气管的橡胶塞封好并通入氮气,经 300 - 350℃ 恒温烧结 1 - 2 小时,再继续升温至 1150 - 1250℃ 恒温 1 - 2 小时,降至室温后取出,经选粉后研细过筛,经无机硅或有机硅在表面包覆后既得到红色无机颜料的系列产品。该颜料可替代已用于油漆、涂料、陶瓷、塑料等行业中含铅,镉等红色颜料;特别适用于塑料和纤维着色,也可应用在涂料、油墨、纸张和化妆品等行业。

ISSN 1008-4274

1、红色无机硫化物颜料，其特征是用  $M_2S_3$  表示的化合物，M 是由选自主要是稀土 Ce 或金属元素 Ca 和 Sr 合成的化合物晶体红色粉末，S 为单质硫，并加入助溶剂 K、Na、Li 中的一种，其中 M、S 和助溶剂各组分配比为重量百分比，其中 M (40-55%)，S (44-60%)，助溶剂 (2-5%)，为了增加稳定性，颜料粉末表面包复有机硅化物或无机硅酸盐。

2、红色无机硫化物颜料的制备方法，其特征在于该制备方法按如下步骤进行：

a、将称取的氧化物或盐类均匀混合，研磨后装入石英舟，放入装有 S 的石英管内（石英管内端部放有定量的碳粒）；

b、将装好料的石英管用带有进气，排气管的橡胶塞封好并通入氮气，经 300—350℃ 恒温烧结 1—2 小时，再继续升温至 1150—1250℃ 恒温 1—2 小时；

c、在继续通入氮气的同时降低温度至室温后取出；

d、取出烧结好的红色颜料粉未经选粉后研细后过筛；

e、把烧结的成品红色颜料进行清洗，清除助溶剂和未反应的多余物质；

f、为了防止潮解提高化学稳定性，颜料粉未经无机硅或有机硅在表面包复后既得到本发明的红色无机颜料的系列产品。

3、红色无机硫化物颜料的用途，其特征在于该颜料可替代已用于油漆、涂料、陶瓷、塑料等行业中含铅，镉的红色颜料；特别适用于塑料和纤维着色；也可应用在涂料、油墨、纸张和化妆品等行业；可替代目前彩色电视红色荧光粉所使用的进口铁红。

## 红色无机硫化物颜料及其制备方法

### 技术领域:

本发明属于化工颜料技术领域,涉及红色无机硫化物颜料及其制备方法。

### 背景技术:

红色无机颜料广泛用于油漆、涂料、陶瓷、塑料等行业。具有良好的耐久性和热稳定性,在许多方面不能被有机颜料取代。但传统的红色无机颜料多含有铅、镉等有害元素,直接危及人体健康和环境。国际上有些国家已法定限制含铅、镉颜料的生产和使用,这就迫使人们要寻找一种新型无毒的无机红色颜料。经大量实验证明,在红色颜料及其纤维、塑料着色领域中稀土铈的硫化物系列颜料是最有希望替代传统的含铅、镉颜料,因此现在国际上竞相研制。

**发明内容:**为了解决红色无机颜料多含有铅、镉等有害元素,直接危及人体健康和环境的问题,本发明的目的提供一种不含有害元素的新型红色无机硫化物颜料及其制备方法和用途。

### 本发明的技术方案:

一、所述的红色无机颜料由  $M_2S_3$  表示,

1、其中 M 是由选自主要是稀土元素 Ce 或金属元素 Ca 和 Sr 合成的化合物晶体红色粉末, S 为单质硫,

2、该颜料是填加了助溶剂 K, Na, Li 等元素中的一种生成的晶体粉末颜料,

3、为了增加颜料的稳定性,  $M_2S_3$  颜料粉末表面包复有机硅化物或无机硅酸盐,

4、该颜料组分配比为重量百分比,其中 M (40-55%), S (44-60%), 助溶剂 K, Na, Li (2-5%),

### 二、无机红色颜料的制备方法

1、将称取的氧化物或盐类均匀混合,研磨后装入石英舟,放入装有 S 的石英管内(石英管内端部放有定量的碳粒);

2、将装好料的石英管用带有进气，排气管的橡胶塞封好并通入氮气，经 300—350℃恒温烧结 1—2 小时，再继续升温至 1150—1250℃恒温 1—2 小时；

3、在继续通入氮气的同时降低温度至室温后取出；

4、取出烧结好的红色颜料粉未经选粉后研细过筛；

5、把烧结的成品红色颜料进行清洗，清除助溶剂和未反应的多余物质；

6、为了防止潮解提高化学稳定性，颜料粉未经无机硅或有机硅在表面包复后既得到本发明的红色无机颜料的系列产品。

三、红色无机硫化物颜料的用途：由于稀土铈的硫化物颜料具有良好的热稳定性、耐光性、不透明性、弥散性和遮盖力，特别适用于塑料和纤维着色，也可以应用在涂料、油墨、纸张、化妆品等行业，目前彩色电视红色荧光粉大多使用进口的铁红，硫化铈颜料可用于彩电红粉的红颜料，代替目前使用的铁红，这样该产品具有更高的使用价值和推广意义。

本发明的有益效果：该无机颜料的材料易得，制备方便，工艺稳定，应用广泛，效益显著。

我国是稀土资源丰富的国家，占世界储量百分之七十以上，尤其  $CeO_2$  非常丰富，便宜。用它作原料来合成硫化物颜料会有较好的经济效益和社会效益。同时，对稀土铈的开发和应用具有很大的带动作用。

这种新型无毒红色无机硫化铈( $Ce_2S_3$ )颜料是最有希望替代并应用于油漆、涂料、陶瓷、塑料等行业中，消除含铅、镉等红色颜料对环境的污染和对人类的毒害，经济实用，利国利民。

本发明的具体实施方式如下：

实施例 1：

按下列各重量称取： $CeO_2$ ：58g (54%)、S：48g (44%)、 $NaCO_3$ ：(2%)

将上述物料经均匀混合研细后装入石英舟内放入装有定量碳粉的石英管内，用带有通气和排气管的橡胶塞塞紧后通入定量的（一定流量）氮气，升温到 325℃恒温 1 小时后继续升温到 1200℃恒温 1 小时，在继续通氮气的同时断电降温，到室温后取出烧结好的红色颜料粉末，经选粉、清洗、包膜（用水玻璃液浸后凉干）既得到本发明的红色颜料。

**实例 2:**

按下列各重量称取:  $\text{Sr CO}_3$ :51g                      S:72g                       $\text{KCO}_3$ :3.3g

制备方法: 将上述物料经均匀混合研细后装入石英舟内放入装有定量碳粉的石英管内, 用带有通气和排气管的橡胶塞塞紧后通入定量的氮气, 升温到 305℃恒温 1 小时 30 分后继续升温到 1150℃恒温 2 小时, 在继续通氮气的同时断电降温, 到室温后取出烧结好的红色颜料粉末, 经选粉包膜(包复有机或无机硅)后既得到本发明的红色颜料。

**实例 3:**

按下列各重量称取:  $\text{CaCO}_3$ :68g                      S:96g                       $\text{NaCO}_3$ :4.4g

制备方法: 将上述物料经均匀混合研细后装入石英舟内放入装有定量碳粉的石英管内, 用带有通气和排气管的橡胶塞塞紧后通入定量的氮气, 升温到 350℃恒温 2 小时后继续升温到 1220℃恒温 1 小时, 在继续通氮气的同时断电降温, 到室温后取出烧结好的红色颜料粉末, 经选粉包膜(包复有机或无机硅)后既得到本发明的红色颜料。

**实例 4:**

按下列各重量称取:  $\text{CeO}_2$ : 58g                      S:48g                       $\text{LiCO}_3$ :2.2g

制备方法: 将上述物料经均匀混合研细后装入石英舟内放入装有定量碳粉的石英管内, 用带有通气和排气管的橡胶塞塞紧后通入定量的氮气, 升温到 350℃恒温 2 小时后继续升温到 1220℃恒温 1 小时, 在继续通氮气的同时断电降温, 到室温后取出烧结好的红色颜料粉末, 经选粉包膜(包复有机或无机硅)后既得到本发明的红色颜料。

**实例 5:**

按下列各重量称取:  $\text{CaCO}_3$ :68g                      S:96g                       $\text{LiCO}_3$ :4.4g

制备方法: 将上述物料经均匀混合研细后装入石英舟内放入装有定量碳粉的石英管内, 用带有通气和排气管的橡胶塞塞紧后通入定量的氮气, 升温到 330℃恒温 2 小时后继续升温到 1200℃恒温 1 小时, 在继续通氮气的同时断电降温, 到室温后取出烧结好的红色颜料粉末, 经选粉包膜(包复有机或无机硅)后, 通过调整各组分配比、调节恒温和烧结温度既得到本发明深浅不同的红色系列颜料。