第 21 卷 第 2 期 2015 年 4 月

Vol. 21 No. 2 Apr. 2015

doi:10.13732/j.issn.1008-5548.2015.02.005

分光光度计测试金红石型钛白粉遮盖力的方法研究

李海艳, 汪云华, 王 磊, 李保金, 崔庆雄, 龙 翔

(云南新立有色金属有限公司,云南 昆明 650100)

摘要:采用金红石型钛白粉为颜料,按照一定的配方及方法制备漆浆,利用湿膜制备样品,采用分光光度计进行样品反射率的检测,利用精确色彩品质控制软件直接表征样品的遮盖力,同时对影响遮盖力测试的关键因素进行优化。结果表明,采用丙烯酸清漆为漆料,在颜料体积分数为16%,振荡研磨时间为90 min,湿膜厚度为100 μm的条件下,金红石型钛白粉漆浆样品适于采用分光光度计直接表征遮盖力的方法。

关键词:钛白粉:遮盖力:分光光度计

中图分类号:TO621.1⁺2 文献标志码:A

文章编号:1008-5548(2015)02-0021-03

Research on Testing Methods of Hiding Powers of Rutile Titanium Dioxide by Spectrophotometer

LI Haiyan, WANG Yunhua, WANG Lei, LI Baojin, CUI Qingxiong, LONG Xiang

 $(Yunnan\ Xinli\ Nonferrous\ Metals\ Co.\,,\ Ltd.\,,\ Kunming\ 650100\,,\ China)$

Abstract: Taking rutile titanium dioxide as the pigment, the paste was prepared according to a certain formula and method. The wet film was used for sample preparation. A spectrophotometer was used for detection of the reflectivity of samples. The hiding power of samples was directly characterized by precise color quality control software. Key factors affecting the hiding power measurement were optimized. The results show that taking acrylic varnish as the paint vehicle, rutile titanium dioxide paint slurry samples are suitable for the method of characterizing hiding power directly using spectrophotometer at the conditions that the volume fraction of pigment is 16%, the time for oscillatory grinding is 90 min, and the wet film thickness is 100 μm.

Keywords: titanium dioxide; hiding power; spectrophotometer

颜料的遮盖力是颜料分散在透明的基料中使其成

收稿日期:2014-07-11,修回日期:2014-07-28。

基金项目:国家国际科技合作项目,编号:2010DFB43290;云南省科技计划项目,编号:2012ZE004。

第一作者简介: 李海艳(1984—), 男, 助理工程师, 研究方向为氯化法 钛白粉生产工艺技术及产品应用。电话: 0878-4819526, E-mail: ynszlhy@126.com。

通信作者简介:汪云华(1972—),男,博士,教授级高级工程师,研究方向为有色金属采矿、选矿、冶炼及氯化法钛白粉生产工艺技术。电话:0878—4819526,E-mail:297374220@qq.com。

为不透明、完全盖住基片的黑白格的最小用料量,代表 颜料能够遮盖被涂物体表面底色的能力。金红石型钛 白粉的折射率为 2.75, 是所有白色颜料中折射率最大 的一种,因此具有最强的遮盖力和光学性能,被广泛应 用于涂料、塑料、纸张等领域[1-2]。作为评价白色颜料在 涂料中光学特性的重要描述指标、遮盖力在工业应用 的中地位至关重要,一系列测试方法因此被催生并发 展。比较典型的测试方法包括直接目视测试法、基于不 同厚度涂膜的内插法、基于 Kubelka-Munk 方程的外 推法、相对于某一参考涂料的比较法、结合色度学原理 的光谱估计方法等, 其中部分测试方法已成为国际或 国家标准。遮盖力的测试方法仍在不断发展和完善,虽 然已有的方法提高了测试的方便性、精度和应用范围, 但是不能完全解决遮盖力的测试问题, 需要进一步研 究和改进[3-4]。国家标准 GB/T 1706—2006 中规定了钛 白粉的基本指标及相应检测方法,这些指标仅适应于 钛白粉生产企业对生产环节的质量控制,不能真实地 反映钛白粉产品在不同行业的应用性能,同时遮盖力 作为评价钛白粉在涂料行业的重要指标,相应的检测 方法不适于生产要求⑤。本文中针对钛白粉的主要应用 领域——涂料行业进行遮盖力测试方法的优化,利用 分光光度计代替反射率测定仪进行样品反射率的测 定,利用精确色彩品质控制软件直接表征金红石型钛 白粉在涂料体系中的遮盖力,并分析影响遮盖力测试 的关键因素,确定适用于快速测定金红石型钛白粉在 涂料中遮盖力的方法。

1 实验

1.1 试剂与仪器

1.1.1 试剂

主要原料及试剂包括:YR-802 牌号金红石型钛白粉,云南新立有色金属有限公司;R-960 牌号金红石型钛白粉,美国杜邦公司;丙烯酸清漆,江苏泛华化工有限公司,丙烯酸树脂质量分数为 50%;醇酸清漆,江苏泛华化工有限公司,醇酸树脂质量分数为 50%。

1.1.2 仪器及应用软件

主要设备与仪器包括:SHH-IV型振荡混匀机,河

南省郑州三华科技实业有限公司;AFA-型自动涂膜器,上海普申化工机械有限公司;BGD206/3型湿膜制备器,广东省广州标格达实验仪器用品有限公司;BGD1102型遮盖力测试纸,广东省广州标格达实验仪器用品有限公司;玻璃研磨微珠,广东省广州标格达实验仪器用品有限公司,粒径为2.0~2.5 mm;玻璃瓶,广东省广州标格达实验仪器用品有限公司,容积为50 mL;CM-2600d型分光光度计,日本柯尼卡美能达公司;BSA8201-CW型电子天平,赛多利斯科学仪器(北京)有限公司;QXD型刮板细度计,上海现代环境工程技术股份有限公司。

精确色彩品质控制(简称为 PCQC)软件为日本柯尼卡美能达公司针对该公司生产的分光光度计开发的商业软件。

1.2 方法

采用同一种漆料将试样按照一定的配方和方法制成漆浆,在遮盖力测试纸上利用湿膜制备器制得厚度相同的涂膜,自然晾干,采用分光光度计对黑底和白底上的样品进行测定,通过 PCQC 软件直接表征试样的遮盖力。具体的测试方法如下:

- 1)漆浆制备。称取 100 g 玻璃研磨微珠放到玻璃瓶中,称取 50 g 丙烯酸(或醇酸)清漆置于瓶中,加入 12 g 钛白粉试样,将装有物料的玻璃瓶置于振荡混匀机中,振荡研磨 90 min。
- 2)涂膜制备。将遮盖力测试纸放置到自动涂膜器上,在遮盖力测试纸上添加钛白粉漆浆,利用湿膜厚度为 100 μm 的制备器涂刷形成涂膜,将涂膜置于室温下晾干。
- 3)遮盖力测定。采用分光光度计对涂膜后的白底和黑底进行测定,通过 PCQC 软件直接表征试样的遮盖力。

2 结果与讨论

2.1 分光光度法与传统反射率法测试金红石型钛白粉 遮盖力的对比

传统反射率法测试金红石型钛白粉遮盖力的原理是采用反射率仪测定涂膜黑底上的反射系数 γ_{ii} ,和白底上的反射系数 γ_{ii} ,通过公式计算对比率 γ 来表示遮盖力,

$$\gamma = \frac{\gamma_b}{\gamma_{ab}} \times 100\%$$

并且规定当对比率为 98%时,认为此涂膜已经完全遮盖。

利用分光光度计测试金红石型钛白粉遮盖力的原理基于传统的反射率法,该方法的创新之处在于综合了分光光度计与 PCQC 软件的特点,采用类似反射率

测定仪的分光光度计获取涂膜白底和黑底上数据,通过 PCQC 软件直接表征金红石型钛白粉颜料的遮盖能力,省略了传统反射率法测定过程中的计算步骤,有利于在产品质量控制和检测实际过程中的应用。该方法采用的分光光度计是钛白粉生产企业用于检测颜料的光学指标明度 L^* 、蓝色度 b^* 等项目的常规设备,利用该方法不仅省去了传统反射率法测试仪器,而且测试结果采用 PCQC 软件直接表征,替代了传统的计算过程,因此,该方法在实际生产过程中是可行的。

2.2 颜料体积分数的确定

颜料体积分数是涂料中颜填料的体积与配方中所用固体组分的总体积之比。当颜料体积分数较小时,涂料中钛白粉粒子之间的距离大;颜料体积分数较大时,涂料中钛白粉粒子之间的距离小,粒子排列拥挤。当粒子之间的距离小于光波半波长时,单个粒子不再具有独立散射中心的功能,反而减小遮盖力。在不同颜料体积分数的两烯酸清漆中,金红石型钛白粉遮盖力与颜料体积分数的关系如图1所示。由图可知,当颜料体积分数的关系如图1所示。由图可知,当颜料体积分数达到16%时,金红石型钛白粉在丙烯酸清漆中的遮盖力最大,随着颜料体积分数的增大,遮盖力逐渐减小。综合以上分析,在只含金红石型钛白粉颜料的涂料配方中,最佳颜料体积分数约为16%可真实地反映金红石型钛白粉在涂料中的遮盖力,即确定每50g丙烯酸清漆中加入12g金红石型钛白粉为最佳配比。

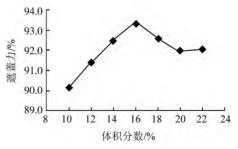


图 1 金红石型钛白粉遮盖力与丙烯酸清漆颜料体积分数的关系

Fig. 1 Relationship between hiding power of rutile titanium dioxide and volume fraction of acrylic varnish

2.3 测试漆料的确定

以 R-960 和 YR-802 金红石型钛白粉为颜料试样分别在丙烯酸清漆和醇酸清漆中制成漆浆,其遮盖力及蓝色度 b^* 测试结果如表 1 所示。由表可知,R-960和 YR-802 金红石型钛白粉在醇酸清漆中的遮盖力均大于丙烯酸清漆中的,主要原因是醇酸清漆呈微黄色状态,可以增大金红石型钛白粉在其体系的遮盖力,根据测试的 b^* 值也可以得出钛白粉在醇酸清漆中的样品比丙烯酸清漆中的样品偏黄。为了排除漆料偏黄对测试结果的干扰,根据实验结果,针对金红石型钛白粉的遮盖力测试,确定优先选用丙烯酸清漆作为漆料。

表 1 不同漆料体系中遮盖力的分析对比

Tab. 1 Comparative analysis of hiding powers in different paint systems

漆料及其牌号		遮盖力/%	蓝色度 b*
丙烯酸清漆	YR-802	93.35	0.81
	R-960	93.25	0.77
醇酸清漆	YR-802	94.43	0.86
	R-960	93.78	0.82

2.4 振荡研磨时间的确定

以 R-960 和 YR-802 金红石型钛白粉为颜料试样 在丙烯酸清漆中制成漆浆,分别对振荡研磨 30、60、90、120 min 的样品取样涂膜,各阶段振荡研磨的颜料遮盖 力及刮板细度测试结果如图 2、3 所示。由图 2 可知, R-960 和 YR-802 这 2 种样品的遮盖力都随着振荡研磨时间的延长而增大,并且振荡研磨 90 min 时趋于稳定。由图 3 可知,R-960 和 YR-802 这 2 种样品的刮板 细度随着振荡研磨时间的延长而减小,并且振荡研磨 90 min 时趋于稳定。综合以上分析,为了使金红石型钛白粉在漆料中呈完全分散状态,确定振荡研磨时间为 90 min,测试结果能够反映出金红石型钛白粉在漆料中遮盖力能力。

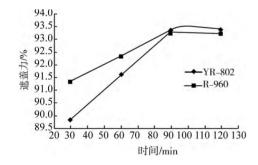


图 2 金红石型钛白粉遮盖力与振荡研磨时间的关系
Fig. 2 Relationship between hiding power of rutile titanium dioxide
and oscillatory grinding time

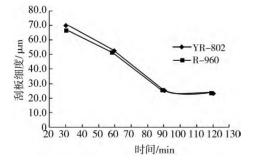


图 3 金红石型钛白粉刮板细度与振荡研磨时间的关系 Fig. 3 Relationship between scraper fineness of rutile titanium dioxide and oscillatory grinding time

2.5 涂膜厚度的确定

以 R-960 和 YR-802 金红石型钛白粉为颜料试样在丙烯酸清漆制成漆浆,分别采用湿膜厚度为 75、100、120 μm 的制备器进行涂膜,不同湿膜厚度的遮盖力测试结果如图 4 所示。由图可知,R-960 和 YR-802 这 2 种样品的遮盖力都随着涂层厚度的增大而增大,但是达到一定程度后趋于稳定。为了既能克服因涂层太薄而不能完全遮盖基材底色,又能真实反映出金红石型钛白粉的遮盖能力,根据实验结果,确定适宜的涂层湿膜厚度为 100 μm。

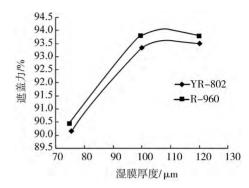


图 4 金红石型钛白粉遮盖力与湿膜厚度的关系 Fig. 4 Relationship between hiding power of rutile titanium dioxide and wet film thicknes

3 结论

采用分光光度计代替反射率测定仪测定金红石型 钛白粉的遮盖力的方法在生产实际中是可行的,影响 该测试方法的关键因素如下:

- 1)采用丙烯酸清漆作为表征金红石型钛白粉遮盖力的漆料:
- 2)确定金红石型钛白粉颜料与漆料的配比,颜料体积分数为 16%,即 50 g 丙烯酸清漆中需加入 12 g 金红石型钛白粉;
- 3)振荡研磨时间为 90 min 时可以使金红石型钛白粉在漆料中呈完全分散状态:
- 4)涂层湿膜厚度为 100 μm 时可以完全遮盖基材的底色。

参考文献(References):

- [1] 耿耀宗. 现代水性涂料: 工艺、配方、应用[M]. 北京: 中国石化出版社, 2013: 177-191.
- [2] 邓捷, 吴立峰. 钛白粉应用手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 94-95.
- [3] 王荣强. 基于 Kubelka-Munk 理论计算颜料遮盖力的方法: 中国, 103543106[P]. 2014-01-29.
- [4] 王华. 涂料遮盖力的快速评估[D]. 杭州: 浙江大学, 2008.
- [5] 吴璇. 色漆的遮盖力及其测试方法述评[J]. 涂料工业, 2002 (1): 38-41.