



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510020568.0

[43] 公开日 2005年9月7日

[11] 公开号 CN 1664021A

[22] 申请日 2005.3.24

[21] 申请号 200510020568.0

[71] 申请人 成都众缘鑫珠光科技有限公司

地址 610100 四川省成都市成都经济技术开发区龙泉驿都中路116号

[72] 发明人 刘国忠 贾鹏飞 腾勇 刘雨

[74] 专利代理机构 成都中亚专利代理有限公司

代理人 陈亚石

权利要求书1页 说明书3页

[54] 发明名称 氟金云母珠光颜料及其制作

[57] 摘要

一种采用人工合成的氟金云母制作的氟金云母珠光颜料，是在搪玻璃反应釜中使二氧化钛全部水解涂覆在云母片上，在经焙烧而成高耐候特种珠光颜料。亮度特亮，耐高温达1100℃，化学性能稳定，无毒、无味、阻燃、耐酸碱、抗紫外线、耐化学溶剂性、不导电，适用于航天、航海、汽车、陶瓷、化妆品等特种功能性装饰涂料应用。

1. 一种采用氟金云母制作的氟金云母珠光颜料，其制作步骤如下：
 - 1)、备料：将氟金云母粉碎，选择颗粒直径在 10 ~ 60 微米的云母粉备用；
 - 2)、云母粉改性：先将云母粉在浓度 10%的盐酸水溶液搅拌浸泡，加热至 $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 保温 4 小时，洗净的水呈 $\text{PH}=7 \sim 6.8$ ，随后将云母粉进入氢氧化钾溶液 $\text{PH}=11$ 中加热至 $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 搅拌浸泡 4 小时后，再漂洗后水呈中性备用；
 - 3)、涂覆：将改性后的云母粉末 10%—15%水溶液浓度进入搪玻璃反应釜中制成悬浮液，并缓慢加热至 $70 \sim 90^{\circ}\text{C}$ 之间， $\text{PH}=1.5 \sim 3 \pm 0.3$ ，缓慢加入二氧化钛溶液，同时滴加碱液，保持 PH 值稳定，使金属氧化物能全部水解涂覆在云母片上，当达到设定的颜色即停止加液，保持 30 分钟后放入水洗缸进行洗涤，水呈中性即可；
 - 4)、焙烧：将上述的云母粉末过滤烘干进行焙烧，温度 $950^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 小时，即可成为高耐候颜料；
 - 5)、颜料改性：将上述的颜料用硬脂酸在加热器中搅拌改性，温度 $60^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ ，1.5 小时，进行真空干燥处理即可。
2. 根据权利要求 1 所述的氟金云母珠光颜料及其制作，其特征是二氧化钛溶液是由四氯化钛与 0.5 ~ 0.15%的四氯化锡配制而成。

氟金云母珠光颜料及其制作

技术领域

本发明是属于化妆品、油漆、油墨、印染、涂料等的装饰性颜料。

背景技术

目前涉及涂有金属氧化物层的片状基材，尤其是云母或涂有金属氧化物的云母为基础的彩色光泽颜料，已应用多年，在美国、德国等国的专利文献中也有较多的记载，所述的云母有人工合成或天然云母，由于天然云母存在有矿物和空气包裹体、矿物污垢、不规则结晶、波纹或煞折、裂缝等自然缺陷，可能形成不连续的包膜，严重影响珠光颜料的光泽和颜色等制品质量，同时天然云母的耐热稳定性较低，会影响用于釉和透明搪瓷。人工合成的云母，如氟金云母，是典型的层状硅酸盐结构，无色透明的平板状结晶，解理性完全能与天然云母相当，但硬度较天然云母略高，耐热性较天然云母高，氟金云母在 1100℃ 下，也不会发生烧结和熔融，还能保持其透明和原始光泽，是一种理想的材料，但由于硬度较高，加工后粉末薄片的经厚比较小，在制作珠光颜料时不容易使非金属粒子附着沉积包覆在云母薄片上，因此需改进。

发明内容

本发明的目的是采用人工合成的氟金云母制作出外观纯正、白度高，颜色鲜艳亮丽、高耐候的特种珠光颜料。

本发明的制作步骤如下：

- 1、备料：将氟金云母粉碎，选择颗粒直径在 10 ~ 60 微米的云母粉，分档备用；
- 2、云母粉改性：将备用的云母粉用浓度 10%（重量）的盐酸水溶液搅拌浸

泡，加热至 $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 保温 4 小时，用水漂洗至水呈中性，即 $\text{PH}=7\sim 6.8$ ，随后将云母粉进入氢氧化钾溶液 $\text{PH}=11$ 中加热至 $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 搅拌浸泡 4 小时后，漂洗至水呈中性备用；

3、涂覆：将改性后的云母粉末 10%—15% 水溶液（重量份）进入搪玻璃反应釜中制成悬浮液，并缓慢加热至 $70\sim 90^{\circ}\text{C}$ 之间，（根据不同产品需要而定）溶液的 PH 值设定在 $1.5\sim 3 \pm 0.3$ ，缓慢加入二氧化钛溶液，同时滴加碱液，保持 PH 值稳定，流量及流速根据二氧化钛的含量而定，使金属氧化物能全部水解涂覆在云母片上，以上全过程需搅拌。当设定的颜色为银白色时一般在 3.5 ~ 4 小时，幻彩金色在 4.5 ~ 5.5 小时，幻彩红色在 6 ~ 7 小时，每级增加温度 $4\sim 8^{\circ}\text{C}$ 之后即停止加液，保持 30 分钟后放入水洗缸进行洗涤，水呈中性即可；

其中：a. 二氧化钛溶液是由四氯化钛与 0.5 ~ 0.15% 的四氯化锡配制而成；

b. 碱液是 10%（重量份）氢氧化钠水溶液；

4、焙烧：将上述的云母粉末洗涤呈中性后过滤烘干，进行焙烧，温度控制在 $950^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 小时，在锡粒子的络合锈导下，经高温煅烧，使其晶型转变，从锡钛型转化为全红石型，成为高耐候颜料。

5、颜料改性：将上述的颜料用硬脂酸在加热器中搅拌改性，温度 $60^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ ，1.5 小时，进行真空干燥处理即可。

氟金云母珠光颜料外观白度可达 98，颜色鲜艳亮丽，亮度层特亮，耐高温达 $1100^{\circ}\text{C} \sim 1350^{\circ}\text{C}$ ，化学性能稳定，无毒、无味、阻燃、耐酸碱、抗紫外线、耐化学溶剂性、不导电，适用于航空、航天、航海、文物保护、汽车、陶瓷、搪瓷、化妆品等特种功能性装饰涂料应用。

具体实施方式

按上述制作步骤对具体的实施如下实例：

实施例 1:

氟金云母粉 10 ~ 60 微米 20g, TiO_2 (含量 186 g/L) 的溶液 35mL, 将去离子水和氟金云母粉制成 800mL 悬浮液, 设定温度 $72^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, $\text{PH}=2.5 \pm 0.3$ 。在烧杯内加搅拌升温至恒定值, 以每小时 10mL 的流速滴加 TiO_2 溶液, 再滴加浓度为 10% 的 NaOH 溶液, 保持 PH 值稳定, 经 3h 30min 加完 TiO_2 溶液后, 在恒温保持 30min 后, 过滤洗至 $\text{PH}=6.8$, 抽滤干燥, 在 950°C 恒温烧 1 小时后即成为银光闪闪的银色珠光颜料, 重量为 25.8g。

实施例 2:

氟金云母粉 10 ~ 60 微米 20g, TiO_2 (含量 186 g/L) 的溶液 56mL, 将去离子水和粉制成 800mL 悬浮液, 设定温度 $76^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, $\text{PH}=2.5 \pm 0.3$ 。以每小时 12mL 的流速滴加 TiO_2 溶液, 在搅拌的条件下使温度恒定下加 NaOH (浓度 10%), 保持 PH 值稳定, 经 4h 50min 滴完, 恒温保持 30min 后经过滤洗涤至 $\text{PH}=6.8$, 过滤干燥, 在 950°C 恒温烧 1 小时, 经后处理即得金光闪闪的幻彩珠光金色颜料, 重量为 28.8g。

实施例 3:

氟金云母粉 10 ~ 60 微米 20g, TiO_2 (含量 186 g/L) 的溶液 50mL, 将去离子水和粉制成 800mL 悬浮液, 设定温度 $76^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, $\text{PH}=2.5 \pm 0.3$ 。以每小时 12mL 的速度滴加 TiO_2 溶液, 同时滴加浓度为 10% 的 NaOH 溶液保持 PH 值稳定, 经 4h 50min 加完, 在 PH 和温度恒定的条件下保持 30min 后即成幻彩金颜料, 将该颜料经洗涤至中性后, 再用水制成悬浮液, 设 $\text{PH}=3 \pm 0.3$, 设温度 $80^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, 用 FeCl_3 (含量为 100g/L) 溶液, 按 1h 15mL 的流速滴加, 再滴加 NaOH (10%) 浓度溶液保持 PH 值稳定, 经 1h 20min 滴加完后, 再保持 PH 和温度不变搅拌 30min 后过滤, 洗涤到中性 $\text{PH}=7$, 过滤干燥后, 经焙烧 (960°C) 30min 后出炉, 即得金光闪亮的金色颜料, 29.8g 粉料。