



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104327552 B

(45)授权公告日 2016.08.24

(21)申请号 201410493495.6

(22)申请日 2014.09.25

(73)专利权人 广西七色珠光材料股份有限公司

地址 545600 广西壮族自治区柳州市鹿寨县鹿寨镇飞鹿大道380号(珠光产业园)

(72)发明人 杨伦全 周建华 蒙延娟 秦志清

(74)专利代理机构 北京卓恒知识产权代理事务所(特殊普通合伙) 11394

代理人 唐曙晖 刘明芳

(51)Int.Cl.

C09C 3/06(2006.01)

C09C 1/40(2006.01)

C04B 41/85(2006.01)

C04B 41/86(2006.01)

(56)对比文件

JP H05230395 A,1993.09.07,

CN 102492312 A,2012.06.13,

CN 1519278 A,2004.08.11,

JP H10114867 A,1998.05.06,

CN 1138069 A,1996.12.18,

CN 103771900 A,2014.05.07,

JP 2012188639 A,2012.10.04,

CN 1811058 A,2006.08.02,

CN 1563210 A,2005.01.12,

CN 1803936 A,2006.07.19,

CN 1861701 A,2006.11.15,

CN 101589115 A,2009.11.25,

审查员 秦圆圆

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种耐高温珠光颜料及其制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种耐高温珠光颜料,其包括合成云母基材、在合成云母基材上包覆的一层或多层金属氧化物层,以及在所述金属氧化物层上包覆的氧化锆耐高温层。此种耐高温珠光颜料使用高温最高可达1150℃,高温分散好、稳定,可广泛用于陶瓷的釉下、釉中、釉上彩以及搪瓷、搪瓷贴花纸、建筑珐琅板、永久性色标、耐高温涂料等行业,使用量为釉料或涂层的0.5~50%。

1. 一种耐高温珠光颜料,其包括合成云母基材、在合成云母基材上包覆的一层或多层金属氧化物层,以及在所述金属氧化物层上包覆的氧化锆耐高温层,氧化锆耐高温层是使用无机锆盐溶液水解包膜后,在1075℃~1150℃下煅烧而获得的。

2. 根据权利要求1所述的耐高温珠光颜料,其中,所述金属氧化物层是选自二氧化锡层、二氧化钛层、三氧化二铁层、三氧化二铝层、氧化钴层、四氧化三铁层中的一种或多种。

3. 根据权利要求1或2所述的耐高温珠光颜料,其中,氧化锆耐高温层占所述合成云母基材总重量的3%~15%。

4. 根据权利要求3所述的耐高温珠光颜料,其中,氧化锆耐高温层占所述合成云母基材总重量的4%~12%。

5. 根据权利要求1所述的耐高温珠光颜料,其中,氧化锆耐高温层是使用选自氯化锆、氯化锆、硝酸锆、硫酸锆的一种或多种的溶液水解包膜后,在1075℃~1150℃下煅烧而获得的。

6. 根据权利要求1所述的耐高温珠光颜料,它还可以包括作为中间层的非金属氧化物中间层。

7. 根据权利要求1-5中任一项所述的耐高温珠光颜料的制备方法,其包括:

(1)称取预定量的珠光级合成云母粉,按固液1:8~12加去离子水配制成悬浮液;

(2)边搅拌边升温至温度为62~85℃,用酸调节pH值至1.5~3.5,恒温搅拌下,滴加金属氧化物对应的无机金属盐溶液,同时滴加氢氧化物或氨水,使pH值保持恒定,至所需色相;

(3)将步骤(2)所得悬浮液调节pH值为3.4~4.2,温度75~85℃,滴加50~150gZrO₂/L的锆盐溶液,所加锆盐的量,以 ZrO₂计,占基材合成云母粉重量的3~10%,同时滴加氢氧化钠或氨水保持pH值恒定;

(4)将步骤(3)所得悬浮液过滤、洗涤、烘干,在1075℃~1150℃下煅烧,得到耐高温珠光颜料。

8. 根据权利要求7所述的耐高温珠光颜料的制备方法,其中,在步骤(1)中,按固液1:9~10加去离子水配制成悬浮液;

在步骤(2)中,边搅拌边升温至温度为65~75℃,用盐酸调节pH值至2.0~3.0;

在步骤(3)中,将步骤(2)所得悬浮液调节pH值为3.8~4.0,温度78~82℃,滴加60~120gZrO₂/L的锆盐溶液,所加锆盐的量,以 ZrO₂计,占基材合成云母粉重量的5~8%;

在步骤(4)中,在1075~1150℃下煅烧。

9. 根据权利要求7或8所述的耐高温珠光颜料的制备方法,其中,所述金属氧化物为选自SnO₂、TiO₂、Fe₂O₃、Co₂O₃、Fe₃O₄中的一种或多种;所述无机金属盐溶液为选自SnCl₄、SnCl₂、TiCl₄、TiOSO₄、FeCl₂、FeCl₃、CoCl₂、Co(NO₃)₂溶液中的一种或多种。

10. 根据权利要求7或8所述的耐高温珠光颜料的制备方法,其中,所述无机锆盐为选自氯化锆、氯化锆、硝酸锆、硫酸锆的一种或多种。

11. 根据权利要求9所述的耐高温珠光颜料的制备方法,其中,所述无机锆盐为选自氯化锆、氯化锆、硝酸锆、硫酸锆的一种或多种。

12. 根据权利要求1-6中任何一项所述的耐高温珠光颜料或通过权利要求7-11中任一项所述的制备方法获得的耐高温珠光颜料用于陶瓷的釉下、釉中、釉上彩、搪瓷、搪瓷贴花纸、建筑珐琅板、永久性色标、或耐高温涂料的用途。

一种耐高温珠光颜料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种耐高温珠光颜料及其制备方法。

背景技术

[0002] 珠光颜料是以天然云母、合成云母、玻璃片、氧化铝等片状材料为基材,在其上包覆一层或多层的高折射率金属氧化物而得到的一种光干涉效果颜料,根据包覆厚度的不同呈现不同的颜料,此种颜料光泽度高,具有随角异色性,色彩丰富。在涂料、化妆品、塑料、合成革等多个领域得到广泛应用,但在陶瓷行业的应用却受到了很大的限制,除了少量的珠光颜料作为贴花、丝网印刷以釉上彩、低温烘烤方式应用于日用陶瓷、艺术陶瓷和建陶、卫陶外,未能得到广泛应用。究其原因,在于一般陶瓷的烧成温度都在1000℃以上,而传统珠光颜料使用温度一般不能高于850℃,否则会产生严重的色偏移或褪色、失光等现象。因此传统的珠光颜料应用于陶瓷一般需要三次烧成工艺:高温烧坯(1200~1400℃)、中温烧釉(1000~1200℃)、低温烘烤(780~850℃)珠光贴花或丝印。生产工艺繁杂、生产周期长,色牢固度不好,也不能充分展现珠光颜料光彩夺目的美感。理想的方式是在釉下、釉中、釉上都能使用珠光颜料,使坯、釉上彩一次烧成,就必须解决珠光颜料应用的两大缺陷:一是耐高温性能,使用温度要达到1000℃以上;二是珠光颜料在釉料的热稳定性,要充分分散,又不与釉料产生反应,以固熔体的形式存在。

[0003] 采用凝胶共沉淀法以硅酸锆包覆高温不稳定的硫硒化镉混晶形成高温稳定的包覆系列陶瓷颜料是一种成熟的技术,该技术不适合于珠光颜料的高温改性,在形成硅酸锆晶体时,需要1050℃以上煅烧,这已超出珠光颜料的承受温度。中国专利201410040507.X公开了一种闪光颜料及制备方法、用途,其实质即为在传统珠光颜料包覆一层由二氧化硅、硅酸锆、二氧化锆的复合层保护层。该专利未公开这种闪光颜料的耐高温性能,即最高使用温度;也未公开此种闪光颜料形成保护层时的煅烧温度;实际上要形成有效的保护层(硅酸锆)至少要在1050℃以上才会转化,此时有SiO₂存在下颜料会熔结、板结(包覆系列颜料都要经过再磨以解决珠光颜料不失色)。若未经高温煅烧(实施例中对900℃煅烧),在高温使用就会发生色偏移、失色、失光,不具有任何使用价值。因此该专利未能有效解决以上两大缺陷。

[0004] CN1229110A公开了一种带有蓝色主色的多层干涉颜料,该颜料由碎片状载体材料和涂层组成,而涂层由以下结构组成:(I)第一层,为高折射率的无色、透明金属氧化物层,(II)第二层,为低折射率的无色、透明金属氧化物层,(III)第三层,为铝酸钴、含钴玻璃或氧化钴的外部层。第一层和第三层也可颠倒。所用的高折射率的金属氧化物是二氧化钛、二氧化锆或氧化锡。所用的低折射率的金属氧化物是二氧化硅或氧化铝。

[0005] CN1775869A公开了二氧化钛颜料,它包括金红石型或锐钛型二氧化钛颗粒,该颗粒具有沉积在其上的氧化锆、无定形二氧化硅和水合氧化铝涂层,该颗粒优先还有吸附或键合在其上的有机涂层。

[0006] CN101589115A公开制备经氧化锆处理的二氧化钛的方法,其包括下列步骤:a)形

成包含在水中的二氧化钛材料的混合物;b)湿碾磨所述混合物;c)在步骤(b)后,任选地在所述湿碾磨的二氧化钛材料上沉积一种或多种无机氧化物,所述无机氧化物选自铝、硼、铈、磷、硅、锡、钛和锆的氧化物;d)将从步骤(b)或(c)得到的浆料的pH调节为5至9,从而二氧化钛被充分絮凝以通过真空过滤或压力过滤回收;e)通过真空过滤或压力过滤从所述混合物中除去所述二氧化钛材料;f)洗涤通过过滤回收的二氧化钛材料;g)通过加入一种或多种碱性水溶性的锆试剂将所述洗涤过的二氧化钛材料转化成流体分散体,所述锆试剂选自碳酸氧锆铵、水溶性羧酸氧锆铵,以及它们的混合物;h)干燥所述分散体,以得到干燥的经氧化锆表面处理的二氧化钛粉末。

[0007] US5324355 A公开了热分解的硅酸锆,它由包埋在无定形 SiO_2 相中的晶体 ZrO_2 组成。

发明内容

[0008] 本发明的目的是针对现有技术的不足而提供一种耐高温珠光颜料。

[0009] 本发明的耐高温珠光颜料包括合成云母基材、在合成云母基材上包覆的一层或多层金属氧化物层,以及在所述金属氧化物层上包覆的氧化锆耐高温层。本发明的耐高温珠光颜料还可以包括其它非金属氧化物中间层如二氧化硅层。

[0010] 本发明的合成云母基材可以是任何用于珠光颜料的合成云母基材,其可以从市场上购买或按照现有的合成云母制备方法来制备。

[0011] 所述金属氧化物可以是用于珠光颜料的任何金属氧化物。优选地,所述金属氧化物层包括但不限于二氧化锡层、二氧化钛层、三氧化二铁层、三氧化铝层、氧化钴层、四氧化三铁层中的一种或多种。

[0012] 外层包覆氧化锆耐高温层,耐高温层优选占所述高温珠光颜料基材(合成云母基材)总重量的3%~15%,优选5~10%。氧化锆耐高温层是使用锆盐溶液(优选锆盐水溶液)水解包膜后,在1000℃~1150℃下煅烧而获得的。此种耐高温珠光颜料使用高温最高可达1150℃,高温分散好、稳定。在釉料配合适当时,不熔于釉,可形成稳定的固熔体,保持良好珠光效果。所述无机锆盐优选是选自氯氧化锆、氯化锆、硝酸锆、硫酸锆的一种或几种,更优选氯氧化锆。所述无机锆盐的浓度没有特别限制,例如可以是50~150g ZrO_2 /L,优选60~120g ZrO_2 /L(按烧成后获得的 ZrO_2 计)。

[0013] 这种耐高温珠光颜料可广泛用于陶瓷的釉下、釉中、釉上彩以及搪瓷、搪瓷贴花纸、建筑珐琅板、永久性色标、耐高温涂料等行业,使用量为釉料或涂层的0.5~50%。

[0014] 本发明的另一目的是提供上述耐高温珠光颜料的制备方法:

[0015] (1)称取预定量的珠光级合成云母粉,按固液1:8~12,优选1:9~10加去离子水配制成悬浮液;

[0016] (2)边搅拌边升温至温度为62~85℃,优选65~75℃,用酸(例如盐酸、硝酸、硫酸等)调节pH值至1.5~3.5,优选2.0~3.0,恒温搅拌下,滴加金属氧化物对应的无机金属盐溶液,同时滴加氢氧化物或氨水,使pH值保持恒定,至所需色相;

[0017] (3)将步骤(2)所得悬浮液调节pH值为3.4~4.2,优选3.8~4.0,温度75~85℃,优选78~82℃,滴加50~150g ZrO_2 /L,优选60~120g ZrO_2 /L锆盐溶液,所加锆盐的量,以 ZrO_2 计,占基材(合成云母粉)重量的3~10%,优选5~8%,同时滴加氢氧化钠或氨水保持pH值

恒定；

[0018] (4)将步骤(3)所得悬浮液过滤、洗涤、烘干,在1000℃~1150℃下,优选1100~1150℃下煅烧(例如5~30分钟),得到耐高温珠光颜料。

[0019] 其中,在使用多层金属氧化物层的情况下,步骤(2)按照层的顺序进行两次以上,即每一种金属氧化物层进行步骤(2)一次。每一金属氧化物层的厚度、包覆率不是特别要求的,可以与现有珠光颜料的氧化物层厚度、包覆率相同,例如每一金属氧化物层的包覆率可以为10~60%,优选20~30%。根据所需的包覆率、所需的色相来调节金属氧化物对应的无机金属盐溶液的量,这是本领域普通技术人员所已知的。

[0020] 其中,氢氧化钠溶液浓度可以为5~40%(重量百分比),优选为15~30%(重量百分比);

[0021] 氨水浓度可以为5~35%(重量百分比),优选为15~25%(重量百分比);

[0022] 其中锆盐浓度优选为50~150g ZrO₂/L,更优选60~120g ZrO₂/L,更优选80~100g ZrO₂/L。

[0023] 所述金属氧化物包括但不限于SnO₂、TiO₂、Fe₂O₃、Al₂O₃、Co₂O₃、Fe₃O₄等中的一种或多种。

[0024] 所述无机金属盐包括但不限于SnCl₄、SnCl₂、TiCl₄、TiOSO₄、FeCl₂、FeCl₃、CoCl₂、Co(NO₃)₂等中的一种或多种。

[0025] 所述锆盐包括但不限于ZrOCl₂、ZrCl₄、Zr(SO₄)₂、Zr(NO₃)₄等中的一种或多种。

[0026] 所得耐高温珠光颜料涂卡后,采用爱色丽(x-rite)MA98检测、以CIELCH颜色模型检测评价。

[0027] 根据本发明的又一个方面,提供了上述耐高温珠光颜料用于陶瓷的釉下、釉中、釉上彩以及搪瓷、搪瓷贴花纸、建筑珐琅板、永久性色标、或耐高温涂料的用途。

[0028] 本发明的技术优点:

[0029] 1、采用具有优异耐高温性能的氧化锆作为珠光颜料的耐高温保护层,避免了使用硅酸锆、二氧化硅的复合层作保护层,在高温晶体化时,由于SiO₂的存在导致粘结板结而不能良好分散,失去使用价值。氧化锆化学性质不活泼,难溶于水、盐酸和稀硫酸,熔点达2700℃,折射率2.18,热膨胀小,是一种优质的耐高温材料。

[0030] 2、基材采用合成云母,可耐1100℃以上高温,天然云母的使用温度只有800℃、玻璃的使用温度只有600℃,使得耐高温珠光有了基材保证。

[0031] 3、珠光颜料在制备中,已经1000~1500℃煅烧,从而保证了在使用过程中这种耐高温珠光颜料不失色、褪色。

具体实施方式

[0032] 下面通过实施例对本发明进行具体的描述,有必要指出的是本实施例只用于对本发明进行进一步说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,该领域的技术熟练人员可以根据上述本发明的内容作出一些非本质的改进和调整。

[0033] 实施例1

[0034] (1)称取90g粒径为40~160μm的珠光级合成云母粉,按固液(1:8)加入去离子水720ml,搅拌配成悬浮液;

[0035] (2)将悬浮液搅拌升温至62℃,用稀盐酸调节pH值为1.5;恒温搅拌下,缓慢滴加2%(wt)SnCl₄·5H₂O溶液90ml,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,滴加结束后恒温搅拌15分钟;

[0036] (3)搅拌升温至75℃,用稀液碱调节悬浮液PH值为1.8,缓慢滴加2mol/L TiCl₄溶液,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,直至颜色至银白,继续恒温搅拌15分钟;

[0037] (4)保持温度为75℃,用稀液碱调pH值至3.4,缓慢滴加50g(ZrO₂)/L氯氧化锆溶液54ml,同时滴加20%(wt)氢氧化钠溶液保持pH值恒定;

[0038] (5)将(4)所得悬浮液过滤、洗涤、105℃烘干,1000℃煅烧30分钟,得到耐高温珠光颜料。

[0039] 所得耐高温珠光颜料包覆结构为Syn-mica/SnO₂/TiO₂/ZrO₂,耐高温保护层ZrO₂占基材(合成云母粉)的重量百分比为3%。

[0040] 所得耐高温珠光颜料涂卡,观察分散性,并用爱色丽(x-rite)MA98检测,检测结果如表1。

[0041] 实施例2

[0042] (1)称取90g粒径为40~160μm的珠光级合成云母粉,按固液(1:10)加入去离子水900ml,搅拌配成悬浮液;

[0043] (2)将悬浮液搅拌升温至66℃,用稀盐酸调节pH值为1.6;恒温搅拌下,缓慢滴加2.5%(wt)SnCl₄·5H₂O溶液90ml,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,滴加结束后恒温搅拌15分钟;

[0044] (3)搅拌升温至80℃,用稀液碱调节悬浮液pH值为2.0,缓慢滴加2mol/L TiCl₄溶液,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,直至颜色至银白,继续恒温搅拌15分钟;

[0045] (4)保持温度为80℃,用稀液碱调pH值至3.8,缓慢滴加100g(ZrO₂)/L氯氧化锆溶液58.5ml,同时滴加20%(wt)氢氧化钠溶液保持pH值恒定。

[0046] (5)将(4)所得悬浮液过滤、洗涤、105℃烘干,1075℃煅烧18分钟,得到耐高温珠光颜料。

[0047] 所得耐高温珠光颜料包覆结构为Syn-mica/SnO₂/TiO₂/ZrO₂,耐高温保护层ZrO₂占基材(合成云母粉)的重量百分比为6.5%。

[0048] 所得耐高温珠光颜料涂卡,观察分散性,并用爱色丽(x-rite)MA98检测,检测结果如表1。

[0049] 实施例3

[0050] (1)称取90g粒径为40~160μm的珠光级合成云母粉,按固液(1:12)加入去离子水1080ml,搅拌配成悬浮液;

[0051] (2)将悬浮液搅拌升温至70℃,用稀盐酸调节pH值为1.8;恒温搅拌下,缓慢滴加3%(wt)SnCl₄·5H₂O溶液90ml,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,滴加结束后恒温搅拌15分钟;

[0052] (3)搅拌升温至85℃,用稀液碱调节悬浮液pH值为2.2,缓慢滴加2mol/L TiCl₄溶液,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,直至颜色至银白,继续恒温搅拌15分钟;

[0053] (4)保持温度为85℃,用稀液碱调pH值至4.2,缓慢滴加150g(ZrO₂)/L氯氧化锆溶液60ml,同时滴加20%(wt)氢氧化钠溶液保持pH值恒定。

[0054] (5)将(4)所得悬浮液过滤、洗涤、105℃烘干,1150℃煅烧5分钟,得到耐高温珠光颜料。

[0055] 所得耐高温珠光颜料包覆结构为Syn-mica/SnO₂/TiO₂/ZrO₂,耐高温保护层ZrO₂占基材(合成云母粉)的重量百分比为10%。

[0056] 所得耐高温珠光颜料涂卡,观察分散性,并用爱色丽(x-rite)MA98检测,检测结果如表1。

[0057] 实施例4

[0058] (1)称取90g粒径为40~160μm的珠光级合成云母粉,按固液(1:12)加入去离子水1080ml,搅拌配成悬浮液;

[0059] (2)将悬浮液搅拌升温至70℃,用稀盐酸调节pH值为1.8;恒温搅拌下,缓慢滴加3%(wt)SnCl₄·5H₂O溶液90ml,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,滴加结束后恒温搅拌15分钟;

[0060] (3)搅拌升温至85℃,用稀液碱调节悬浮液pH值为2.2,缓慢滴加2mol/L TiCl₄溶液,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,直至颜色至银白,继续恒温搅拌15分钟;

[0061] (4)缓慢升温,温度升至85℃,用液碱调节pH=3.4,缓慢滴加0.5735mol/L的FeCl₃溶液,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,直至颜色至金色,继续恒温搅拌15分钟;

[0062] (5)保持温度为85℃,用稀液碱调pH值至4.2,缓慢滴加150g(ZrO₂)/L氯氧化锆溶液60ml,同时滴加20%(wt)氢氧化钠溶液保持pH值恒定。

[0063] (6)将(5)所得悬浮液过滤、洗涤、105℃烘干,1150℃煅烧5分钟,得到耐高温珠光颜料。

[0064] 所得耐高温珠光颜料包覆结构为Syn-mica/SnO₂/TiO₂/Fe₂O₃/ZrO₂,耐高温保护层ZrO₂占基材(合成云母粉)的重量百分比为10%。

[0065] 所得耐高温珠光颜料从外光看珠光效果优异,涂卡,观察分散性,检测结果如表1。

[0066] 对比实施例1:不包覆耐高温ZrO₂层,其它与实施例1相同。

[0067] (1)称取90g粒径为40~160μm的珠光级合成云母粉,按固液(1:8)加入去离子水720ml,搅拌配成悬浮液;

[0068] (2)将悬浮液搅拌升温至62℃,用稀盐酸调节pH值为1.5;恒温搅拌下,缓慢滴加2%(wt)SnCl₄·5H₂O溶液90ml,同时滴加20%NaOH溶液保持PH值恒定,滴加结束后恒温搅拌15分钟;

[0069] (3)搅拌升温至75℃,用稀液碱调节悬浮液pH值为1.8,缓慢滴加2mol/L TiCl₄溶液,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,直至颜色至银白,继续恒温搅拌15分钟;

[0070] (4)将(3)所得悬浮液过滤、洗涤、105℃烘干,1000℃煅烧30分钟,得到银白珠光颜料。

[0071] 所得银白珠光颜料包覆结构为Syn-mica/SnO₂/TiO₂。

[0072] 所得银白珠光颜料涂卡,观察分散性,并用爱色丽(x-rite)MA98检测,检测结果如表1。

[0073] 对比实施例2:耐高温保护层为SiO₂+ZrO₂复合层,其它与实施例2相同。

[0074] (1)称取90g粒径为40~160μm的珠光级合成云母粉,按固液(1:10)加入去离子水900ml,搅拌配成悬浮液;

[0075] (2)将悬浮液搅拌升温至66℃,用稀盐酸调节pH值为1.6;恒温搅拌下,缓慢滴加2.5%(wt)SnCl₄·5H₂O溶液90ml,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,滴加结束后恒温搅拌15分钟;

[0076] (3)搅拌升温至80℃,用稀液碱调节悬浮液pH值为2.0,缓慢滴加2mol/L TiCl₄溶液,同时滴加20%NaOH溶液保持pH值恒定,直至颜色至银白,继续恒温搅拌15分钟;

[0077] (4)再用碱液将pH值调到9,保持温度为80℃,计量加入含1.5克二氧化硅的水玻璃溶液,同时加入稀盐酸维持pH值恒定;

[0078] (5)保持温度为80℃,用稀盐酸调pH值至3.8,缓慢滴加100g(ZrO₂)/L氯氧化锆溶液29.3ml,同时滴加20%(wt)氢氧化钠溶液保持pH值恒定。

[0079] (6)再用碱液将pH值调到9,保持温度为80℃,计量加入含1.5克二氧化硅的水玻璃溶液,同时加入稀盐酸维持pH值恒定;

[0080] (7)将(6)所得悬浮液过滤、洗涤、105℃烘干,1075℃煅烧18分钟,得到对比样品。

[0081] 所得对比样品包覆结构为Syn-mica/SnO₂/TiO₂/SiO₂/ZrO₂/SiO₂,SiO₂+ZrO₂层占基材(合成云母粉)的重量百分比为6.5%。

[0082] 所得对比样品涂卡,观察分散性,并用爱色丽(x-rite)MA98检测,检测结果如表1。

[0083] 表1 检测结果

[0084]

样号	L	C	H	分散性	备注
实施例 1	97.22	20.23	245.78	优	检测仪器: x-rite, MoA98; 角度: 15°; 黑底
实施例 2	89.63	18.21	247.37	优	
实施例 3	105.45	23.21	246.67	优	
实施例 4	——	——	——	优	
对比实施例 1	51.14	9.51	242.3	板结、团聚	
对比实施例 2	65.99	12.28	244.3	板结、团聚	

[0085] 表1结果表明:

[0086] (1)对比实施例1与实施例1比较,对比1样品的烧结团聚,基本无珠光效果;

[0087] (2)对比实施例2与实施2比较,对比实施例2样品由于SiO₂的粘结致结块严重,难于分散,珠光效果微弱。

[0088] 说明耐高温保护层ZrO₂对提高珠光颜料的耐高温性能效果优异。一方面提高了耐热性,另一方面,从L、C、H值看,还保持随角异色效应颜料的颜色的鲜艳度、绚丽程度。