



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102659129 A

(43) 申请公布日 2012. 09. 12

(21) 申请号 201210137180. 9

(22) 申请日 2012. 05. 04

(71) 申请人 杨修直

地址 611730 四川省成都市郫县一里东街
249 号

(72) 发明人 杨修直

(74) 专利代理机构 成都科海专利事务有限责任
公司 51202

代理人 邓继轩

(51) Int. Cl.

C01B 33/42 (2006. 01)

C09C 1/40 (2006. 01)

C09C 3/04 (2006. 01)

权利要求书 2 页 说明书 18 页 附图 3 页

(54) 发明名称

一种超薄合成云母晶体粉的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种超薄片合成云母晶体粉的制备方法,其特点是:(1)将熔制所得的合成云母晶体片用水洗净,固液比 1 : 3 ~ 5 搅拌过 40 目筛网;(2)将步骤(1)所得物料破碎,过 10-325 目筛网;(3)将步骤(2)所得浆料脱水,使水份为 32-38%;(4)将步骤(3)所得物料加入助磨剂细磨;(5)将步骤(4)所得物料进行分级;(6)将步骤(5)所得物料干燥:使含水量小于 0. 8%。由以上步骤所得合成云母晶体粉厚度为 0. 05-0. 5 μm ;该超薄片合成云母晶体粉用于珠光颜料基材、化妆品、防腐涂料、工程塑料行业。

1. 一种超薄片合成云母晶体粉的制备方法,其特征在于该方法包括以下步骤,并按重量份计为:

1) 高柔韧性、高分剥性的合成云母晶体片的制备

(1) 配料:根据选择的原料及其分析检测数据,以及搅拌混料机有效容积,并按以下工艺配方,精确计算每次搅拌各种原料的用量:

SiO ₂	100 份
Al ₂ O ₃	26~32 份
MgO	65~73 份
K ₂ O	24~30 份
F	20~26 份
CaO	0.25~1.5 份

(2) 混料:将步骤(1)准确计量称重的各种原料倒入搅拌混料机中搅拌混合 15 ~ 60min,备用;搅拌配料总重量为每炉所需熔制合成云母晶体的数量;

(3) 砌炉:根据每炉所需熔制数量,计算炉体容积:

$$V=K*W/p$$

K 为有效容积系数,取值范围 1.05 ~ 1.2;

W 为每炉熔制合成云母晶体的数量,吨;

P 为合成云母晶体的密度,按 2.8 吨 /m³ 计;

V 为炉体容积范围,m³;

用耐火砖砌成椭圆形或圆形的炉体,其容积要在按照上述计算所得炉体容积范围内。用三相电源选用圆形炉体,均分摆放三组电极;用二相电源则选用椭圆形炉体,在长轴方向对称摆放二组电极;用扁铁将耐火砖箍紧;

(4) 装炉:将步骤(2)混合好的料装入步骤(3)砌好的炉体中,并推入四周有保温密封,顶部留有加料孔的熔制房内,在熔制房的侧面接通大功率的抽风机,风量可调节,风机出口接有三级或二级喷淋吸收塔;

(5) 开机:将熔炉接上电源,开启熔制房抽风机、废气吸收喷淋泵,并事先配制好 5-8% 氢氧化钠溶液作为喷淋吸收液;

(6) 熔制:按升温、保温、降温三个阶段进行熔制;升温、保温、降温是通过控制输入功率来实现的,即升温是逐步提高输入功率,保温是恒定输入功率,降温是逐步降低输入功率;根据熔制量,概算出熔制所需总电量;

$$Q=K' *W$$

Q 为熔制所需总电量,Kw. h;

K' 为熔制系数,0.833Kw. h/Kg;

W 为每炉熔制合成云母晶体的数量,Kg;

按照 10 ~ 14kw/h 速度升功率至熔制最大功率,并以最大功率恒定熔制,当熔制累计电量至总概算电量的 91 ~ 94%h,按 10 ~ 15kw/h 速度降功率至总概算电量时断电,结束熔制。熔制最大功率与装料量有关,具体如下表:

装料量	小于 3t	3-5t	大于 5t	备注
熔制最大功率 (kw)	100	150	180	不能超过设备的 最大额定功率

(7) 关机 : 熔制结束后, 断开所有电源, 关闭风机、喷淋泵 ;

(8) 冷却 : 保温自然冷却 7 天以上, 拉出熔炉, 拆除耐火砖, 采用大功率破碎机开砣, 人工风镐破碎成小块后, 经颚式破碎机粗碎, 对辊机细碎, 过 4 目, 8 目振动筛, 得到 +4 目, 4-8 目, -8 目三种合成云母晶片 ; 其晶体柔韧性可达 38 ~ 50%, 并含有 0.1 ~ 0.6% 的 CaO ;

(9) 废液处理 : 定期检测喷淋吸收液 F^- 浓度和 OH^- 浓度, 通过补加片碱, 保持 NaOH 溶液浓度大于 5%。当 F^- 浓度大于 8g/100ml 时, 转移另一处理槽中, 加石灰乳处理 ;

2) 超薄片合成云母晶体粉的制备

(1) 将上述熔制得的合成云母晶体片用水清洗干净 : 按固液比 1 : 3 ~ 5 加入搅拌槽中, 搅拌 10-30min, 放出过 40 目筛网 ;

(2) 将步骤(1)所得物料水力破碎 : 水压 40-60kg/cm², 得到 10-325 目合成云母晶体浆料 ;

(3) 将步骤(2)所得浆料脱水 : 采用板框压滤机, 离心机脱水, 使水份为 32-38% ;

(4) 将步骤(3)所得脱水浆料装入轮碾机细磨 : 调节碾轮间隙为 5-30mm, 并加入装料量的 0.1-0.5wt% 的助磨剂, 轮碾至所需粒度范围 ;

(5) 将步骤(4)所得物料进行分级 : 采用振动筛或卧螺离心或自然沉降分级, 分级成满足各种用途的粒径范围的合成云母晶体粉, 其含水量为 20-45% ;

(6) 根据需要, 将步骤(5)所得物料进行干燥 : 采用烘房烘干或盘式干燥器干燥或 闪蒸干燥或喷雾干燥, 得到含水量小于 0.8% 的合成云母晶体粉 ; 云母晶体粉厚度为 0.05-0.5 μm 的薄片状粉体。

2. 如权利要求 1 所述超薄片合成云母晶体粉的制备方法, 其特征在于助磨剂为片碱、液碱、纯碱、六偏磷酸钠、三聚磷酸钠中的至少一种。

3. 如权利要求 1 所述超薄片合成云母晶体粉的制备方法制备得到的超薄片合成云母晶体粉。

4. 如权利要求 2 所述超薄片合成云母晶体粉用于珠光颜料基材、化妆品、防腐涂料、工程塑料行业。

一种超薄合成云母晶体粉的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种超薄合成云母晶体粉制备方法,属于非金属新材料领域。

背景技术

[0002] 在上世纪九十年代,以天然云母为基材而生产的珠光颜料迅速发展,到 2010 年以天然云母为基材的珠光颜料的产品销量达 8 万吨 / 年以上,产品广泛应用于涂料(包括汽车涂料)、化妆品、合成革、印刷、印染、塑料等多个行业。全世界的天然云母供应 90% 来自印度,经多年开采,天然云母质量越来越差,产量越来越少,而价格越来越高,2010 年天然云母的价格就上涨了 50%,人们又将目光转移到了人工合成云母上,合成云母粉有着比天然云母粉更高的白度、更好的透明度、更好的绝缘性,这些特性使得以合成云母粉为基材制得的珠光颜料白度更好(银白系列),色彩更鲜艳(虹彩、金属色系列),从而为合成云母碎的应用打开了广阔的空间,为整个合成云母行业的发展提供了广阔的空间。但合成云母与天然云母相比,也有一大缺点,合成云母硬而脆,即柔韧性差,一般小于柔韧性 35% (卷绕法),另外分剥性也较差,导致制成粉的厚度大,径厚比小。这在珠光颜料的使用上是致命的缺点,厚度大就会导致在相同的粒径下,径厚比小,包覆率低,色饱和度低,甚至不产生珠光效果,特别是对小粒径的影响更大。因此,合成云母碎要能取代天然云母应用于珠光颜料行业,需要解决合成云母的硬而脆,可分剥性差的关键技术难题。中国专利 CN03135050. x 公开了一种人工晶体合成云母及制备方法和装置,采用石英砂、镁砂、氧化铝粉,氟硅酸钾和碳酸钾为原料,用三相电加热熔融法制备人工晶体合成云母,这种方法不能解决合成云母片硬而脆,分剥差的关键技术难题。中国专利 CN200510044178. 7 也公开了一种人工晶体合成云母及制备方法,也是利用石英砂、镁砂、氧化铝粉,氟硅酸钾和碳酸钾为原料,采用两相电源加热熔融法制备人工晶体合成云母,同样也不能解决合成云母片硬而脆,分剥差的关键技术难题。中国专利 200910177075. 6 公开了一种合成云母的制备方法,采用滑石代替部份石英砂、镁砂制备合成云母,也未能解决合成云母片硬而脆,分剥差的关键技术问题。

发明内容:

[0003] 本发明的目的是针对现有技术的不足而提供一种超薄合成云母晶体粉的制备方法,其特征是在熔制合成云母配方中引入 0.1 ~ 0.6% 的 CaO 作为杂质富集剂,使得杂质得到富集,从而提高合成云母的柔韧性和可分剥性,所得合成云母晶体片柔韧性可达 38 ~ 50%(卷绕法),含有 0.1 ~ 0.6% 的 CaO,以其制备得到的粉体厚度为 0.05 ~ 0.8 μm ,特别是 0.05 ~ 0.5 μm 。这种粉体用于珠光颜料基材、化妆品、防腐涂料、工程塑料等多个行业。

[0004] 本发明的目的由以下技术措施实现,其中所述原料份数除特殊说明外,均为重量份数。

[0005] 超薄合成云母晶体粉的制备方法包括以下步骤:

[0006] 1) 高柔韧性、高分剥性的合成云母晶体片的制备

[0007] (1) 配料:根据选择的原料及其分析检测数据,以及搅拌混料机有效容积,并按以

下工艺配方,精确计算每次搅拌各种原料的用量:

[0008]

SiO ₂	100 份
Al ₂ O ₃	26~32 份
MgO	65~73 份
K ₂ O	24~30 份
F	20~26 份
CaO	0.25~1.5 份

[0009] 优选为:

[0010]

SiO ₂	100 份
Al ₂ O ₃	26~ 28 份
MgO	65~69 份
K ₂ O	24~26 份
F	22~24 份
CaO	0.5~0.9 份

[0011] (2) 混料:将步骤(1)准确计量称重的各种原料倒入搅拌混料机中搅拌混合 15 ~ 60min,备用;搅拌配料总重量为每炉所需熔制合成云母晶体的数量;

[0012] (3) 砌炉:根据每炉所需熔制数量,计算炉体容积:

[0013] $V=K*W/p$

[0014] K 为有效容积系数,取值范围 1.05 ~ 1.2;

[0015] W 为每炉熔制合成云母晶体的数量,吨;

[0016] P 为合成云母晶体的密度,按 2.8 吨 /m³ 计;

[0017] V 为炉体容积范围, m³;

[0018] 用耐火砖砌成椭圆形或圆形的炉体,其容积要在按照上述计算所得炉体容积范围内。用三相电源选用圆形炉体,均分摆放三组电极;用二相电源则选用椭圆形炉体,在长轴方向对称摆放二组电极;用扁铁将耐火砖箍紧;

[0019] (4) 装炉:将步骤(2)混合好的料装入步骤(3)砌好的炉体中,并推入四周有保温密封,顶部留有加料孔的熔制房内,在熔制房的侧面接通大功率的抽风机,风量可调节,风机出口接有三级或二级喷淋吸收塔;

[0020] (5) 开机:将熔炉接上电源,开启熔制房抽风机、废气吸收喷淋泵,并事先配制好 5-8% 氢氧化钠溶液作为喷淋吸收液;

[0021] (6) 熔制:按升温、保温、降温三个阶段进行熔制;升温、保温、降温是通过控制输入功率来实现的,即升温是逐步提高输入功率,保温是恒定输入功率,降温是逐步降低输入功率;根据熔制量,概算出熔制所需总电量;

[0022] $Q=K' *W$

[0023] Q 为熔制所需总电量, Kw. h ;

[0024] K' 为熔制系数, 0.833Kw. h/Kg ;

[0025] W 为每炉熔制合成云母晶体的数量, Kg ;

[0026] 按照 10 ~ 14kw/h 速度升功率至熔制最大功率, 并以最大功率恒定熔制, 当熔制累计电量至总概算电量的 91 ~ 94%, 按 10 ~ 15kw/h 速度降功率至总概算电量时断电, 结束熔制。熔制最大功率与装料量有关, 具体如下表 :

[0027]

装料量	小于 3t	3-5t	大于 5t	备注
熔制最大功率 (kw)	100	150	180	不能超过设备的 最大额定功率

[0028] (7) 关机 : 熔制结束后, 断开所有电源, 关闭风机、喷淋泵 ;

[0029] (8) 冷却 : 保温自然冷却 7 天以上, 拉出熔炉, 拆除耐火砖, 采用大功率破碎机开砣, 人工风镐破碎成小块后, 经颚式破碎机粗碎, 对辊机细碎, 过 4 目, 8 目振动筛, 得到 +4 目, 4-8 目, -8 目三种合成云母晶片 ; 其晶体柔韧性可达 38 ~ 50%, 并含有 0.1 ~ 0.6% 的 CaO ;

[0030] (9) 废液处理 : 定期检测喷淋吸收液 F⁻ 浓度和 OH⁻ 浓度, 通过补加片碱, 保持 NaOH 溶液浓度大于 5%。当 F⁻ 浓度大于 8g/100ml 时, 转移另一处理槽中, 加石灰乳处理 ;

[0031] 2) 超薄片合成云母晶体粉的制备

[0032] (1) 将上述熔制得的合成云母晶体片用水清洗干净 : 按固液比 1 : 3 ~ 5 加入搅拌槽中, 搅拌 10-30min, 放出过 40 目筛网 ;

[0033] (2) 将步骤(1) 所得物料水力破碎 : 水压 40-60kg/cm², 得到 10-325 目合成云母晶体浆料 ;

[0034] (3) 将步骤(2) 所得浆料脱水 : 采用板框压滤机, 离心机脱水, 使水份为 32-38% ;

[0035] (4) 将步骤(3) 所得脱水浆料装入轮碾机细磨 : 调节碾轮间隙为 5-30mm, 并加入装料量的 0.1-0.5wt% 的助磨剂, 轮碾至所需粒度范围 ;

[0036] (5) 将步骤(4) 所得物料进行分级 : 采用振动筛或卧螺离心或自然沉降分级, 分级成满足各种用途的粒径范围的合成云母晶体粉, 其含水量为 20-45% ;

[0037] (6) 根据需要, 将步骤(5) 所得物料进行干燥 : 采用烘房烘干或盘式干燥器干燥或闪蒸干燥或喷雾干燥, 得到含水量小于 0.8% 的合成云母晶体粉 ; 云母晶体粉厚度为 0.05-0.5 μm 的薄片状粉体 ;

[0038] 助磨剂为片碱、液碱、纯碱、六偏磷酸钠、三聚磷酸钠中的至少一种。

[0039] 超薄片合成云母晶体粉的制备方法制备得到的超薄片合成云母晶体粉。

[0040] 超薄片合成云母晶体粉用于珠光颜料基材、化妆品、防腐涂料、工程塑料行业。

[0041] 性能测试

[0042] (1) 所得合成云母晶体粉厚度采用 SEM 检测, 有害微量元素采用 ICP-MS 检测, 检测结果详见表 1 和表 2 所示。SEM 照片详见图 1 ~ 6 所示。

[0043] (2) 采用常规已知的液相水解沉积包膜法, 制得色饱和度高的优质珠光颜料, 以 CIELCH 颜色模型中 C 值表示色饱和度, C 值可达 50 以上。

[0044] 本发明的优点：

[0045] (1) 以前发明所得高柔韧性、高分剥性的合成云母晶体片为原料，本发明所得粉体的平均厚度为 0.05 ~ 0.8 μm，特别是厚度为 0.05 ~ 5 μm，使得所生产珠光颜料的色饱和度大为提高，C 值可达 50 以上。

[0046] (2) 在合成云母晶体制粉过程中，选用适当的助磨剂，可保护合成云母晶体表面，使其表面更平整、光滑，同时可提高轮碾效率。

附图说明

[0047] 图 1 为实施例 1 合成云母晶体粉 SEM 照片图

[0048] 图 2 为实施例 2 合成云母晶体粉 SEM 照片图

[0049] 图 3 为实施例 3 合成云母晶体粉 SEM 照片图

[0050] 图 4 为实施例 4 合成云母晶体粉 SEM 照片图

[0051] 图 5 为实施例 5 合成云母晶体粉 SEM 照片图

[0052] 图 6 为对比实例 5 合成云母晶体粉照片图

具体实施方式

[0053] 下面通过实例对本发明进行具体描述，有必要在此指出的是以下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本发明内容对本发明作出一些非本质的改进和调整。

[0054] 实施例 1

[0055] 1) 高柔韧性、高剥性合成云母晶体片的制备

[0056] (1)、按以下配方，以每次搅拌混合一吨计：

[0057]

SiO ₂	100 份	400Kg
Al ₂ O ₃	32 份	128 Kg
MgO	65 份	270 Kg
K ₂ O	24 份	96 Kg
F	20 份	80 Kg
CaO	1.5 份	6 Kg

[0058] 以石英砂、电熔镁砂、氧化铝(工业级)、氟硅酸钾、碳酸钾、生石灰为原料，其化学成分如表。

[0059]

项目 名称	SiO ₂ (10 ⁻²)	Al ₂ O ₃ (10 ⁻²)	MgO (10 ⁻²)	K ₂ O (10 ⁻²)	F (10 ⁻²)	CaO (10 ⁻²)	Fe ₂ O ₃ (10 ⁻²)	备注
石英砂	99.2	0.03				0.014	0.016	
电熔镁砂	1.01	0.17	97.36			0.98	0.29	
氧化铝	0.017	98.8					0.008	
氟硅酸钾	27			42.7	51.3			K ₂ SiF ₆ 含 量 99%
碳酸钾				67.64				K ₂ CO ₃ 含 量 99%
生石灰						98.2		

[0060] 原料实际用量如下表：

[0061]

含量 名称	SiO ₂ (Kg)	Al ₂ O ₃ (Kg)	MgO (Kg)	K ₂ O (Kg)	F (Kg)	CaO(Kg)	原料实际 用量 (Kg)	备注
石英砂	354.76	0.11				0.05	357.63	
氧化铝	0.02	127.44					128.98	
电熔镁砂	2.7	0.45	260			2.62	267.05	
氟硅酸钾	42.53			67.26	80		157.52	
碳酸钾				28.74			42.92	
石灰石						3.33	3.39	
合 计	400	128	260	96	80	6.0	957.49	

[0062] (2)、按上表所确定原料实际用量准确称量,投入 2m³ 双螺旋锥形混合机中,搅拌混合 15min,放料装袋备用(80 kg / 袋),共需搅拌 16 次,共计 15319.8 kg ;

[0063] (3)、炉体容积范围为：

[0064] $V=K*W/p$

[0065] $=(1.05 \sim 1.2) \times 15.3198 \div 2.8$

[0066] $=5.74 \sim 6.56 (m^3)$

[0067] 按照此炉体容积范围,确定炉体净空尺寸为:上、下端为椭圆形底的锥形台体,小端长轴 $a=1.9\text{m}$,短轴 $b=1.7\text{m}$,大端长轴 $a'=2.4\text{m}$,短轴 $b'=2.2\text{m}$,高均为 $h'=0.57\text{m}$;中间为椭圆形的园柱体,长轴 $a'=2.4\text{m}$,短轴 $b'=2.2\text{m}$,高 $h=0.57\text{m}$;炉体容积为:

$$[0068] \quad \left[\pi \left(\frac{a+b}{4} \right)^2 + \pi \left(\frac{a'+b'}{4} \right)^2 \right] \times \frac{h'}{2} \times 2 + \pi \left(\frac{a'+b'}{4} \right)^2 \cdot h$$

$$[0069] \quad =3.14 \times (0.81+1.3225) \times 0.57 + 3.14 \times 1.3225 \times 0.57$$

$$[0070] \quad =3.8167+2.367$$

$$[0071] \quad =6.184(\text{m}^3)$$

[0072] 按此尺寸,用耐火砖砌好炉体,对称摆放好石墨电极,将步骤2混好的物料装入炉体中,压实,接好起弧电极;

[0073] (4)、将熔炉推入密封并有保温层的熔制房内,将电极与电源线连接好;

[0074] (5)、开启抽风机、尾气喷淋泵(事先检查并调节好喷淋液的碱度,即 5-8%NaOH 溶液);

[0075] (6)、计算熔制所需总电量约为:

$$[0076] \quad Q=K' \cdot W$$

$$[0077] \quad =15319.8 \times 0.833$$

$$[0078] \quad =12761.4(\text{kw} \cdot \text{h})$$

[0079] 起弧结束后,按 10kw/h 的速度升功率至 180kw,恒定功率 180kw 至累计电量为 12761.4(kw.h) $\times 91\% = 11612.9\text{kw} \cdot \text{h}$ 左右时,再按 10kw/h 的速率降功率至总电量为 12761.4kw.h 时,断开电源,停风机、喷淋泵,结束熔制;

[0080] (7)、保温自然冷却 7 天以上,拉出熔炉,拆除耐火砖,用大功率破碎机开砣,人工风镐打成小块后,经颚式破碎机粗碎,对辊机细碎,过 4 目、8 目振动筛,得到 +4 目、4-8 目、-8 目三种合成云母晶片。

[0081] (8)、取喷淋吸收液检测,若 NaOH 浓度小于 5%,则加入片碱至 8%,若 F 浓度大于 8g/100ml,则将吸收液转至处理池中,加入足量石灰乳处理;

[0082] 合成云母晶体块见附图 1,合成云母晶片见附图 2。取结晶较完整的 +4 目合成云母晶片采用卷绕法测定柔韧性,XRD 检测氟金云母含量,化学分析法检测 CaO 含量,ICP-MS 检测有害微量元素,SEM 检测制成合成云母晶体粉的厚度,其结果见表 1。

[0083] 2) 超薄片合成云母晶体粉的制备

[0084] (1)、将上述熔制所得合成的云母晶体片用水清洗干净:按固液比 1: : 3 加入搅拌槽内,搅拌 10min,放出过 40 目筛网进行清洗。

[0085] (2)、清洗干净的料用水力破碎机破碎:破碎水压 40kg/cm²,得到 10-325 目的合成云母浆料。

[0086] (3)、将步骤(2)所得浆料用板框压滤机脱水,至水份为 32%。

[0087] (4)、将步骤(3)所得物料投入轮碾机中细磨,碾轮间隙 5mm,加入 0.1%片碱助磨剂,轮碾至所需粒度时,放料。

[0088] (5)、将步骤(4)所得物料用振动筛分级,分级成为满足各种用途的粒径范围的合成云母晶体湿粉,此时含水量为 20%。

[0089] (6)、将步骤(5)所得湿料用盘式干燥机干燥至水份小于 0.8%,得到合成云母晶体粉,所得合成云母晶体粉厚度采用 SEM 检测,有害微量元素采用 ICP-MS 检测,检测结果见表 1, SEM 照片见附图 1。

[0090] 将步骤(6)所得物料用液相水解沉积包膜法制成珠光颜料,所制得珠光颜料采用爱色丽(X-Rite)测色仪检测,检测结果见表 2。

[0091] 实施例 2

[0092] 1) 高柔韧性、高剥性合成云母晶体片的制备

[0093] (1)、按以下配方,以每次搅拌混合一吨计:

[0094]

SiO ₂	100 份	400Kg
Al ₂ O ₃	29 份	116Kg
MgO	73 份	292 Kg
K ₂ O	30 份	120Kg
F	26 份	104 Kg
CaO	0.875 份	3.5 Kg

[0095] 仍以石英砂、电熔镁砂、氧化铝(工业级)、氟硅酸钾、碳酸钾、生石灰为原料,其化学成分与实施例 1 相同。各原料实际用量为:

[0096]

名称 \ 含量	SiO ₂ (Kg)	Al ₂ O ₃ (Kg)	MgO (Kg)	K ₂ O (Kg)	F (Kg)	CaO (Kg)	原料实际 用量 (Kg)	备注
石英砂	342.25	0.1				0.047	345.01	
氧化铝		115.39					116.79	
电熔镁砂	3.02	0.51	292			2.93	299.92	
氟硅酸钾	54.73			86.57	104		204.78	
碳酸钾				33.43			33.77	
石灰石						0.523	0.533	
合计	400	116	292	120	104	3.5	1000.803	

[0097] (2)、按上表所确定原料实际用量准确称量,投入 2m³ 双螺旋锥形混合机中,搅拌混

合 38 分钟,放料装袋备用(80 kg / 袋),共需搅拌 16 次,共计 16012.8 kg ;

[0098] (3)、炉体容积范围为 :

[0099] $V=K*W/p$

[0100] $= (1.05 \sim 1.2) \times 16.0128 \div 2.8$

[0101] $= 6.0 \sim 6.86 (m^3)$

[0102] 按照此炉体容积范围,确定炉体净空尺寸为 :上、下端为椭圆形底的锥形台体,小端长轴 $a=1.9m$,短轴 $b=1.7m$,大端长轴 $a'=2.4m$,短轴 $b'=2.2m$,高均为 $h'=0.57m$;中间为椭圆形的园柱体,长轴 $a'=2.4m$,短轴 $b'=2.2m$,高 $h=0.57m$;炉体容积为 :

[0103]
$$\left[\pi \left(\frac{a+b}{4} \right)^2 + \pi \left(\frac{a'+b'}{4} \right)^2 \right] \times \frac{h'}{2} \times 2 + \pi \left(\frac{a'+b'}{4} \right)^2 \bullet h$$

[0104] $= 3.14 \times (0.81 + 1.3225) \times 0.57 + 3.14 \times 1.3225 \times 0.57$

[0105] $= 3.8167 + 2.367$

[0106] $= 6.184 (m^3)$

[0107] 按此尺寸,用耐火砖砌好炉体,对称摆放好石墨电极,将步骤 2 混好的物料装入炉体中,压实,接好起弧电极 ;

[0108] (4)、将熔炉推入密封并有保温层的熔制房内,将电极与电源线连接好 ;

[0109] (5)、开启抽风机、尾气喷淋泵(事先检查并调节好喷淋液的碱度,即 5-8%NaOH 溶液) ;

[0110] (6)、计算熔制所需总电量约为 :

[0111] $Q=K' * W$

[0112] $= 16012.8 \times 0.833$

[0113] $= 13338.66 (kw \cdot h)$

[0114] 起弧结束后,按 12kw/h 的速度升功率至 180kw,恒定功率 180kw 至累计电量为 13338.66 (kw · h) $\times 92.5\% = 12338.3kw \cdot h$ 左右时,再按 12.5kw/h 的速率降功率至总电量为 13338.66kw · h 时,断开电源,停风机、喷淋泵,结束熔制 ;

[0115] (7)、保温自然冷却 7 天以上,拉出熔炉,拆除耐火砖,用大功率破碎机开砣,人工风镐打成小块后,经颚式破碎机粗碎,对辊机细碎,过 4 目、8 目振动筛,得到 +4 目,4-8 目,-8 目三种合成云母晶片。

[0116] (8)、取喷淋吸收液检测,若 NaOH 浓度小于 5%,则加入片碱至 8%,若 F 浓度大于 8g/100ml,则将吸收液转至处理池中,加入足量石灰乳处理 ;

[0117] 取结晶较完整的 +4 目合成云母晶片采用卷绕法测定柔韧性,XRD 检测氟金云母含量,化学分析法检测 CaO 含量,ICP—MS 检测有害微量元素,SEM 检测制成合成云母晶体粉的厚度,其结果见表 1。

[0118] 2) 超薄片合成云母晶体粉的制备

[0119] (1)、将上述熔制所得合成的云母晶体片用水清洗干净 :按固液比 1: : 4 加入搅拌槽内,搅拌 20min,放出过 40 目筛网进行清洗。

[0120] (2)、清洗干净的料用水力破碎机破碎,破碎水压 50kg/cm²,得到 10-325 目的合成云母浆料。

- [0121] (3)、将(2)所得浆料用板框压滤机脱水,至水份为 35%。
- [0122] (4)、将(3)所得物料投入轮碾机中细磨,碾轮间隙 175mm, 加入 0.3% 片碱助磨剂, 轮碾至所需粒度时,放料。
- [0123] (5)、将(4)所得物料用振动筛分级,分级成为满足各种用途的粒径范围的合成云母晶体湿粉,此时含水量为 32.5%。
- [0124] (6)、将(5)所得湿料用盘式干燥机干燥至水份小于 0.8%,得到合成云母晶体粉,所得合成云母晶体粉厚度采用 SEM 检测,有害微量元素采用 ICP—MS 检测,检测结果见表 1, SEM 照片见附图 2。
- [0125] 将步骤(6)所得物料用液相水解沉积包膜法制成珠光颜料,所制得珠光颜料采用爱色丽(X-Rite)测色仪检测,检测结果见表 2。
- [0126] 实施例 3
- [0127] 1) 高柔韧性、高剥性合成云母晶体片的制备
- [0128] (1)、按以下配方,以每次搅拌混合一吨计:

[0129]

SiO ₂	100 份	400Kg
Al ₂ O ₃	26 份	104Kg
MgO	69 份	276 Kg
K ₂ O	27 份	108Kg
F	23 份	92 Kg
CaO	0.25 份	1 Kg

- [0130] 仍以石英砂、电熔镁砂、氧化铝(工业级)、氟硅酸钾、碳酸钾、生石灰为原料,其化学成分与实施例 1 相同。各原料实际用量为:
- [0131]

名称 \ 含量 (kg)	SiO ₂ (Kg)	Al ₂ O ₃ (Kg)	MgO (Kg)	K ₂ O (Kg)	F (Kg)	CaO (Kg)	料实用量 (kg)	备注
石英砂	348.72	0.1				0.05	351.53	
氧化铝		103.42					104.67	
电熔镁砂	2.86	0.48	276			2.78	283.48	
氟硅酸钾	48.42			77.18	92		181.15	
碳酸钾				30.82			46.02	
生石灰						0	0	
合计	400	104	276	108	92	2.83	966.85	

[0132] 由于原料中所含量氧化钙量已大于配方所需氧化钙,因此不需再补加氧化钙。

[0133] (2)、按上表所确定原料实际用量准确称量,投入 2m³ 双螺旋锥形混合机中,搅拌混合 60 分钟,放料装袋备用(80 kg / 袋),共需搅拌 16 次,共计 15469.6 kg ;

[0134] (3)、炉体容积范围为 :

$$[0135] \quad V=K*W/p$$

$$[0136] \quad =(1.05 \sim 1.2) \times 15.4696 \div 2.8$$

$$[0137] \quad =5.8 \sim 6.63 (\text{m}^3)$$

[0138] 按照此炉体容积范围,确定炉体净空尺寸为 :上、下端为椭圆形底的锥形台体,小端长轴 a=1.9m,短轴 b=1.7m,大端长轴 a' =2.4m,短轴 b' =2.2m,高均为 h' =0.57m ;中间为椭圆形的园柱体,长轴 a' =2.4m,短轴 b' =2.2m,高 h=0.57m,炉体容积为 :

$$[0139] \quad \left[\pi \left(\frac{a+b}{4} \right)^2 + \pi \left(\frac{a'+b'}{4} \right)^2 \right] \times \frac{h'}{2} \times 2 + \pi \left(\frac{a'+b'}{4} \right)^2 \bullet h$$

$$[0140] \quad =3.14 \times (0.81+1.3225) \times 0.57+3.14 \times 1.3225 \times 0.57$$

$$[0141] \quad =3.8167+2.367$$

$$[0142] \quad =6.184 (\text{m}^3)$$

[0143] 按此尺寸,用耐火砖砌好炉体,对称摆放好石墨电极,将步骤 2 混好的物料装入炉体中,压实,接好起弧电极 ;

[0144] (4)、将熔炉推入密封并有保温层的熔制房内,将电极与电源线连接好 ;

[0145] (5)、开启抽风机、尾气喷淋泵(事先检查并调节好喷淋液的碱度,即 5-8%NaOH 溶液) ;

[0146] (6)、计算熔制所需总电量约为 :

[0147] $Q=K' \cdot W$

[0148] $=15469.6 \times 0.833$

[0149] $=12886.2 \text{ (kw} \cdot \text{h)}$

[0150] 起弧结束后,按 14kw/h 的速度升功率至 180kw,恒定功率 180kw 至累计电量为 12886 (kw·h) $\times 94\% = 12113.0 \text{ kw} \cdot \text{h}$ 左右时,再按 15kw/h 的速率降功率至总电量为 12886.2kw·h 时,断开电源,停风机、喷淋泵,结束熔制;

[0151] (7)、保温自然冷却 7 天以上,拉出熔炉,拆除耐火砖,用大功率破碎机开砣,人工风镐打成小块后,经颚式破碎机粗碎,对辊机细碎,过 4 目、8 目振动筛,得到 +4 目,4-8 目,-8 目三种合成云母晶片。

[0152] (8)、取喷淋吸收液检测,若 NaOH 浓度小于 5%,则加入片碱至 8%,若 F 浓度大于 8g/100ml,则将吸收液转至处理池中,加入足量石灰乳处理;

[0153] 取结晶较完整的 +4 目合成云母晶片采用卷绕法测定柔韧性,XRD 检测氟金云母含量,化学分析法检测 CaO 含量,ICP—MS 检测有害微量元素,SEM 检测制成合成云母晶体粉的厚度,其结果见表 1。

[0154] 2) 超薄片合成云母晶体粉的制备

[0155] (1)、将上述熔制所得合成的云母晶体片用水清洗干净:按固液比 1: : 5 加入搅拌槽内,搅拌 30min,放出过 40 目筛网进行清洗。

[0156] (2)、清洗干净的料用水力破碎机破碎,破碎水压 60 kg/cm^2 ,得到 10-325 目的合成云母浆料。

[0157] (3)、将(2)所得浆料用板框压滤机脱水,至水份为 38%。

[0158] (4)、将(3)所得物料投入轮碾机中细磨,碾轮间隙 30mm,加入 0.5% 片碱助磨剂,轮碾至所需粒度时,放料。

[0159] (5)、将(4)所得物料用振动筛分级,分级成为满足各种用途的粒径范围的合成云母晶体湿粉,此时含水量为 45%。

[0160] (6)、将(5)所得湿料用盘式干燥机干燥至水份小于 0.8%,得到合成云母晶体粉,所得合成云母晶体粉厚度采用 SEM 检测,有害微量元素采用 ICP—MS 检测,检测结果见表 1。SEM 照片见附图 3。

[0161] 将步骤(6)所得物料用液相水解沉积包膜法制成珠光颜料,所制得珠光颜料采用爱色丽(X-Rite)测色仪检测,检测结果见表 2。

[0162] 实施例 4

[0163] 1) 高柔韧性、高剥性合成云母晶体片的制备

[0164] (1)、按以下配方,以每次搅拌混合一吨计:

[0165]

SiO ₂	100 份	415Kg
Al ₂ O ₃	26.99 份	112Kg
Mgo	65.3 份	271Kg
K ₂ O	25.3 份	108Kg
F	22.65 份	94Kg
CaO	0.72 份	3Kg

[0166] 仍以石英砂、电熔镁砂、氧化铝(工业级)、氟硅酸钾、碳酸钾、生石灰为原料,其化学成分与实施例 1 相同。原料实际用量为:

[0167]

含量 名称	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	K ₂ O	F	CaO	原料实际 用量 (Kg)	备注
石英砂	362.72	0.1				0.05	365.65	
氧化铝		111.43					112.78	
电熔镁砂	2.81	0.47	271			2.73	278.35	
氟硅酸钾	49.47			78.2	94		185.09	
碳酸钾				26.8			40.02	
石灰石						0.224	0.224	
合 计	415	112	271	105	94	3	982.14	

[0168] (2)、按上表所确定原料实际用量准确称量,投入 2m³ 双螺旋锥形混合机中,搅拌混合 30 分钟,放料装袋备用(80 kg / 袋),共需搅拌 16 次,共计 15714.24 kg ;

[0169] (3)、炉体容积范围为:

[0170] $V=K*W/p$

[0171] $=(1.05 \sim 1.2) \times 15.71424 \div 2.8$

[0172] $=5.89 \sim 6.73 (m^3)$

[0173] 按照此炉体容积范围,确定炉体净空尺寸为:上、下端为椭圆形底的锥形台体,小端长轴 $a=1.9m$,短轴 $b=1.7m$,大端长轴 $a'=2.4m$,短轴 $b'=2.2m$,高均为 $h'=0.57m$;中间为椭圆形的园柱体,长轴 $a'=2.4m$,短轴 $b'=2.2m$,高 $h=0.57m$,炉体容积为:

[0174]
$$\left[\pi \left(\frac{a+b}{4} \right)^2 + \pi \left(\frac{a'+b'}{4} \right)^2 \right] \times \frac{h'}{2} \times 2 + \pi \left(\frac{a'+b'}{4} \right)^2 \cdot h$$

$$[0175] \quad =3.14 \times (0.81+1.3225) \times 0.57+3.14 \times 1.3225 \times 0.57$$

$$[0176] \quad =3.8167+2.367$$

$$[0177] \quad =6.184(\text{m}^3)$$

[0178] 按此尺寸,用耐火砖砌好炉体,对称摆放好石墨电极,将步骤2混好的物料装入炉体中,压实,接好起弧电极;

[0179] (4)、将熔炉推入密封并有保温层的熔制房内,将电极与电源线连接好;

[0180] (5)、开启抽风机、尾气喷淋泵(事先检查并调节好喷淋液的碱度,即5-8%NaOH溶液);

[0181] (6)、计算熔制所需总电量约为:

$$[0182] \quad Q=K' \times W$$

$$[0183] \quad =15714.24 \times 0.833$$

$$[0184] \quad =13089.96(\text{kw} \cdot \text{h})$$

[0185] 起弧结束后,按14kw/h的速度升功率至180kw,恒定功率180kw至累计电量为13089.96(kw·h)×94%=12304.56kw·h左右时,再按15kw/h的速率降功率至总电量为13089.96kw·h时,断开电源,停风机、喷淋泵,结束熔制;

[0186] (7)、保温自然冷却7天以上,拉出熔炉,拆除耐火砖,用大功率破碎机开砣,人工风镐打成小块后,经颚式破碎机粗碎,对辊机细碎,过4目、8目振动筛,得到+4目,4-8目,-8目三种合成云母晶片。

[0187] (8)、取喷淋吸收液检测,若NaOH浓度小于5%,则加入片碱至8%,若F浓度大于8g/100ml,则将吸收液转至处理池中,加入足量石灰乳处理;

[0188] 取结晶较完整的+4目合成云母晶片采用卷绕法测定柔韧性,XRD检测氟金云母含量,化学分析法检测CaO含量,ICP-MS检测有害微量元素,SEM检测制成合成云母晶体粉的厚度,其结果见表1。

[0189] 2)超薄片合成云母晶体粉的制备

[0190] (1)、将前发明实施例4所得合成云母晶片按固液比1:5加入搅拌槽内,搅拌30min,放出过40目筛网进行清洗。

[0191] (2)、清洗干净的料用水力破碎机破碎,破碎水压60kg/cm²,得到10-325目的合成云母浆料。

[0192] (3)、将(2)所得浆料用板框压滤机脱水,至水份为38%。

[0193] (4)、将(3)所得物料投入轮碾机中细磨,碾轮间隙30mm加入0.5%片碱助磨剂,轮碾至所需粒度时,放料。

[0194] (5)、将(4)所得物料用振动筛分级,分级成为满足各种用途的粒径范围的合成母晶体湿粉,此时含水量为45%。

[0195] (6)、将(5)所得湿料用盘式干燥机干燥至水份小于0.8%,得到合成云母晶体粉,所得合成云母晶体粉厚度采用SEM检测,有害微量元素采用ICP-MS检测,检测结果见表1。SEM照片见附图4。

[0196] 将步骤(6)所得物料用液相水解沉积包膜法制成珠光颜料,所制得珠光颜料采用爱色丽(X-Rite)测色仪检测,检测结果见表2。

[0197] 实施例 5

[0198] 1) 高柔韧性、高剥性合成云母晶体片的制备

[0199] (1)、按以下配方,以每次搅拌混合一吨计:

[0200] 所用镁砂选用高纯度大结晶镁砂,其它原料及成分与实施例 1 相同,高纯度大结晶镁砂化学成分如下:

[0201]

SiO ₂ (10 ⁻²)	Al ₂ O ₃ (10 ⁻²)	MgO (10 ⁻²)	CaO (10 ⁻²)	Fe ₂ O ₃ (10 ⁻²)
0.3	0.1	99	0.3	0.3

[0202] 优选原料配方如下表:(仍以每次搅拌配料 1 吨计)

[0203]

项目 名称	理论用量(Kg)		纯 度 (%)	杂 质		实际用量(Kg)	备注
	份	Kg		SiO ₂	CaO		
石 英 砂 (SiO ₂)	100	360	99.2			362.0	扣除镁砂中 SiO ₂
氧化铝	33.33	120	98.8			121.5	
大结晶镁砂	80.56	290	99	0.9	0.89	292.93	
氟硅酸钾	53.33	192	99			193.93	
碳酸钾	9.44	34	99			34.34	
生石灰	0.833	3	98.2			2.165	扣除镁砂中 CaO
合计		1000				1006.865	

[0204] 2、按上表所确定原料实际用量准确称量,投入 2m³ 双螺旋锥形混合机中,搅拌混合 30 分钟,放料装袋备用(80 kg / 袋),共需搅拌 16 次,共计 16109.84 kg;

[0205] 3、炉体容积范围为:

[0206] $V=K*W/p$

[0207] $=(1.05 \sim 1.2) \times 16.10984 \div 2.8$

[0208] $=6.04 \sim 6.9(m^3)$

[0209] 按照此炉体容积范围,确定炉体净空尺寸为:上、下端为椭圆形底的锥形台体,小端长轴 a=1.9m,短轴 b=1.7m,大端长轴 a'=2.4m,短轴 b'=2.2m,高均为 h'=0.57m;中间为椭圆形的园柱体,长轴 a'=2.4m,短轴 b'=2.2m,高 h=0.57m;炉体容积为:

[0210]
$$\left[\pi \left(\frac{a+b}{4} \right)^2 + \pi \left(\frac{a'+b}{4} \right)^2 \right] \times \frac{h'}{2} \times 2 + \pi \left(\frac{a'+b}{4} \right)^2 \cdot h$$

$$[0211] \quad =3.14 \times (0.81+1.3225) \times 0.57+3.14 \times 1.3225 \times 0.57$$

$$[0212] \quad =3.8167+2.367$$

$$[0213] \quad =6.184(\text{m}^3)$$

[0214] 按此尺寸,用耐火砖砌好炉体,对称摆放好石墨电极,将步骤2混好的物料装入炉体中,压实,接好起弧电极;

[0215] 4、将熔炉推入密封并有保温层的熔制房内,将电极与电源线连接好;

[0216] 5、开启抽风机、尾气喷淋泵(事先检查并调节好喷淋液的碱度,即5-8%NaOH溶液);

[0217] 6、计算熔制所需总电量约为:

$$[0218] \quad Q=K' \cdot W$$

$$[0219] \quad =16109.84 \times 0.833$$

$$[0220] \quad =13419.5(\text{kw} \cdot \text{h})$$

[0221] 起弧结束后,按14kw/h的速度升功率至180kw,恒定功率180kw至累计电量为13419.5(kw·h)×94%=12614.32kw·h左右时,再按15kw/h的速率降功率至总电量为13419.5kw·h时,断开电源,停风机、喷淋泵,结束熔制;

[0222] 7、保温自然冷却7天以上,拉出熔炉,拆除耐火砖,用大功率破碎机开砣,人工风镐打成小块后,经颚式破碎机粗碎,对辊机细碎,过4目、8目振动筛,得到+4目,4-8目,-8目三种合成云母晶片。

[0223] 8、取喷淋吸收液检测,若NaOH浓度小于5%,则加入片碱至8%,若F浓度大于8g/100ml,则将吸收液转至处理池中,加入足量石灰乳处理;

[0224] 取结晶较完整的+4目合成云母晶片采用卷绕法测定柔韧性,XRD检测氟金云母含量,化学分析法检测CaO含量,ICP-MS检测有害微量元素,SEM检测制成合成云母晶体粉的厚度,其结果见表1。

[0225] 2)超薄片合成云母晶体粉的制备

[0226] (1)、将上述熔制所得合成的云母晶体片用水清洗干净:按固液比1:5加入搅拌槽内,搅拌30min,放出过40目筛网进行清洗。

[0227] (2)、清洗干净的料用水力破碎机破碎,破碎水压60kg/cm²,得到10-325目的合成云母浆料。

[0228] (3)、将(2)所得浆料用板框压滤机脱水,至水份为38%。

[0229] (4)、将(3)所得物料投入轮碾机中细磨,碾轮间隙30mm,加入0.5%片碱助磨剂,轮碾至所需粒度时,放料。

[0230] (5)、将(4)所得物料用振动筛分级,分级成为满足各种用途的粒径范围的合成云母晶体湿粉,此时含水量为45%。

[0231] (6)、将(5)所得湿料用盘式干燥机干燥至水份小于0.8%,得到合成云母晶体粉,所得合成云母晶体粉厚度采用SEM检测,有害微量元素采用ICP-MS检测,检测结果见表1。SEM照片见附图5。

[0232] 将步骤(6)所得物料用液相水解沉积包膜法制成珠光颜料,所制得珠光颜料采用爱色丽(X-Rite)测色仪检测,检测结果见表2。

[0233] 对比实例5

[0234] 1) 高柔韧性、高剥性合成云母晶体片的制备

[0235] (1)、对比实例 5 :配方中不添加氧化钙,其它与实施例 5 相同。按以下配方,仍以每次搅拌配料 1 吨计

[0236]

项目 名称	理论用量		纯 度 (%)	杂 质		实际用量 (Kg)	备注
	份	Kg		SiO ₂	CaO		
石英砂(SiO ₂)	100	360	99.2			362.0	扣除镁砂中 SiO ₂
氧化铝	33.33	120	98.8			121.5	
大结晶镁砂	80.56	290	99	0.9	0.89	292.93	
氟硅酸钾	53.33	192	99			193.93	
碳酸钾	9.44	34	99			34.34	
生石灰	0	0	0			0	镁砂的中含有 0.89 KgCaO
合计		996				1004.7	

[0237] (2)、按上表所确定原料实际用量准确称量,投入 2m³ 双螺旋锥形混合机中,搅拌混合 30 分钟,放料装袋备用(80 kg / 袋),共需搅拌 16 次,共计 16075.2 kg ;

[0238] (3)、炉体容积范围为 :

[0239] $V=K*W/p$

[0240] $=(1.05 \sim 1.2) \times 16.0752 \div 2.8$

[0241] $=6.03 \sim 6.89 (m^3)$

[0242] 按照此炉体容积范围,确定炉体净空尺寸为 :上、下端为椭圆形底的锥形台体,小端长轴 a=1.9m,短轴 b=1.7m,大端长轴 a' =2.4m,短轴 b' =2.2m,高均为 h' =0.57m ;

[0243] 中间为椭圆形的园柱体,长轴 a' =2.4m,短轴 b' =2.2m,高 h=0.57m ;

[0244] 炉体容积为 :

$$[0245] \quad \left[\pi \left(\frac{a+b}{4} \right)^2 + \pi \left(\frac{a'+b'}{4} \right)^2 \right] \times \frac{h'}{2} \times 2 + \pi \left(\frac{a'+b'}{4} \right)^2 \cdot h$$

$$[0246] \quad =3.14 \times (0.81+1.3225) \times 0.57+3.14 \times 1.3225 \times 0.57$$

$$[0247] \quad =3.8167+2.367$$

$$[0248] \quad =6.184 (m^3)$$

[0249] 按此尺寸,用耐火砖砌好炉体,对称摆放好石墨电极,将步骤 2 混好的物料装入炉体中,压实,接好起弧电极 ;

- [0250] (4)、将熔炉推入密封并有保温层的熔制房内,将电极与电源线连接好;
- [0251] (5)、开启抽风机、尾气喷淋泵(事先检查并调节好喷淋液的碱度,即 5-8%NaOH 溶液);
- [0252] (5)、计算熔制所需总电量约为:
- [0253] $Q=K' * W$
- [0254] $=16075.2 \times 0.833$
- [0255] $=13390.64 \text{ (kw. h)}$
- [0256] 起弧结束后,按 14kw/h 的速度升功率至 180kw,恒定功率 180kw 至累计电量为 13390.64 (kw. h) $\times 94\% = 12587.2 \text{ kw. h}$ 左右时,再按 15kw/h 的速率降功率至总电量为 13390.64kw. h 时,断开电源,停风机、喷淋泵,结束熔制;
- [0257] (7)、保温自然冷却 7 天以上,拉出熔炉,拆除耐火砖,用大功率破碎机开砣,人工风镐打成小块后,经颚式破碎机粗碎,对辊机细碎,过 4 目、8 目振动筛,得到 +4 目,4-8 目,-8 目三种合成云母晶片。
- [0258] (8)、取喷淋吸收液检测,若 NaOH 浓度小于 5%,则加入片碱至 8%,若 F 浓度大于 8g/100ml,则将吸收液转至处理池中,加入足量石灰乳处理;
- [0259] 取结晶较完整的 +4 目合成云母晶片采用卷绕法测定柔韧性,XRD 检测氟金云母含量,化学分析法检测 CaO 含量,ICP-MS 检测有害微量元素,SEM 检测制成合成云母晶体粉的厚度,其结果见表 1。
- [0260] 2) 超薄片合成云母晶体粉的制备
- [0261] (1)、将前发明对比实施例 5 所得合成云母晶片按固液比 1 : 5 加入搅拌槽内,搅拌 30min,放出过 40 目筛网进行清洗。
- [0262] (2)、清洗干净的料用水力破碎机破碎,破碎水压 60kg/cm²,得到 10-325 目的合成云母浆料。
- [0263] (3)、将(2)所得浆料用板框压滤机脱水,至水份为 38%。
- [0264] (4)、将(3)所得物料投入轮碾机中细磨,碾轮间隙 30mm,加入 0.5% 片碱助磨剂,轮碾至所需粒度时,放料。
- [0265] (5)、将(4)所得物料用振动筛分级,分级成为满足各种用途的粒径范围的合成云母晶体湿粉,此时含水量为 45%。
- [0266] (6)、将(5)所得湿料用盘式干燥机干燥至水份小于 0.8%,得到合成云母晶体粉,所得合成云母晶体粉厚度采用 SEM 检测,有害微量元素采用 ICP-MS 检测,检测结果见表 1,SEM 照片见附图 6。
- [0267] 将步骤(6)所得物料用液相水解沉积包膜法制成珠光颜料,所制得珠光颜料采用爱色丽(X-Rite)测色仪检测,检测结果见表 2。
- [0268] 表 1 合成云母晶片相关性能及成分检测结果
- [0269]

项目 名称	柔韧性 (%) (卷绕法, Φ7-11mm 通过 率, %)	氟金云母含量 (XRD, %)	晶片 CaO 含量 (%)	晶体粉厚度 (μm)	有害元素 (ICP-MS, PPm)		
					Pb	As	Hg
实施例 1	39	98	0.4	0.573	<0.2	<0.2	<0.2
实施例 2	42	98.4	0.22	0.400	<0.2	<0.2	<0.2
实施例 3	43	97.9	0.13	0.300	<0.2	<0.2	<0.2
实施例 4	45	98.5	0.16	0.140	<0.2	<0.2	<0.2
实施例 5	48	99.1	0.15	0.158	<0.2	<0.2	<0.2
对比例 5	30	97.5	0.05	0.90	<0.2	<0.2	<0.2

[0270] 从表 1 可看出, 添加了 CaO 并且晶片中含有适量 CaO 的合成云母晶片柔韧性明显好得多, 所制得相应的粉体厚度更薄一些。

[0271] 表 2 合成云母粉体及其珠光颜料相关质量检测结果

项目 名称	晶体粉厚度 (μm)	珠 光 颜 料 测 色 仪 检 测 (X-Rite, 15°, 10-60μm, 干涉金)		
		L*	C*	h°
实施例 1	0.573	115.7	44.21	97.65
实施例 2	0.400	118.78	48.46	96.36
实施例 3	0.300	117.64	48.69	98.05
实施例 4	0.140	120.35	52.32	97.77
实施例 5	0.158	127.6	50.78	97.01
对比实施例 5	0.90	93.98	40.21	98.05

[0272]

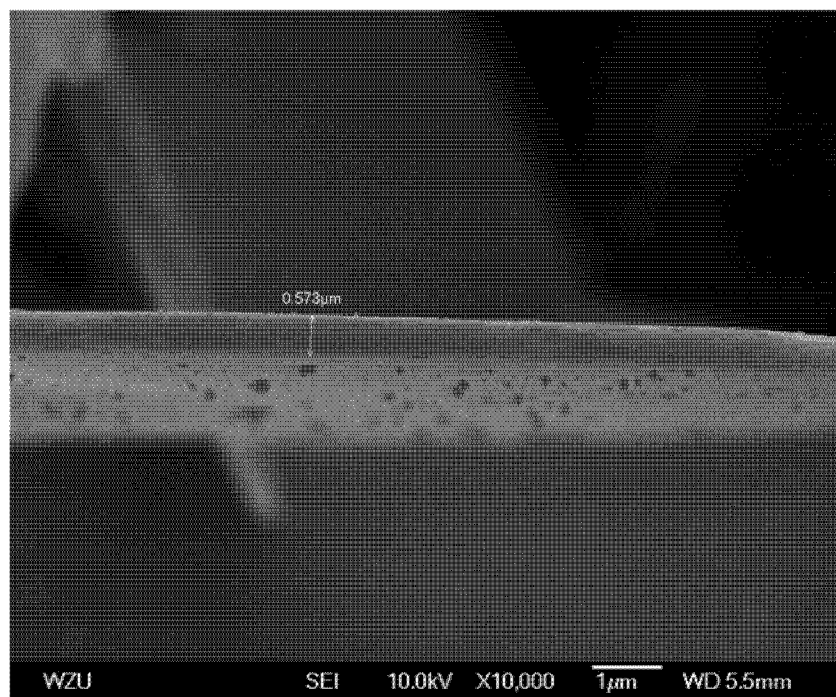


图 1

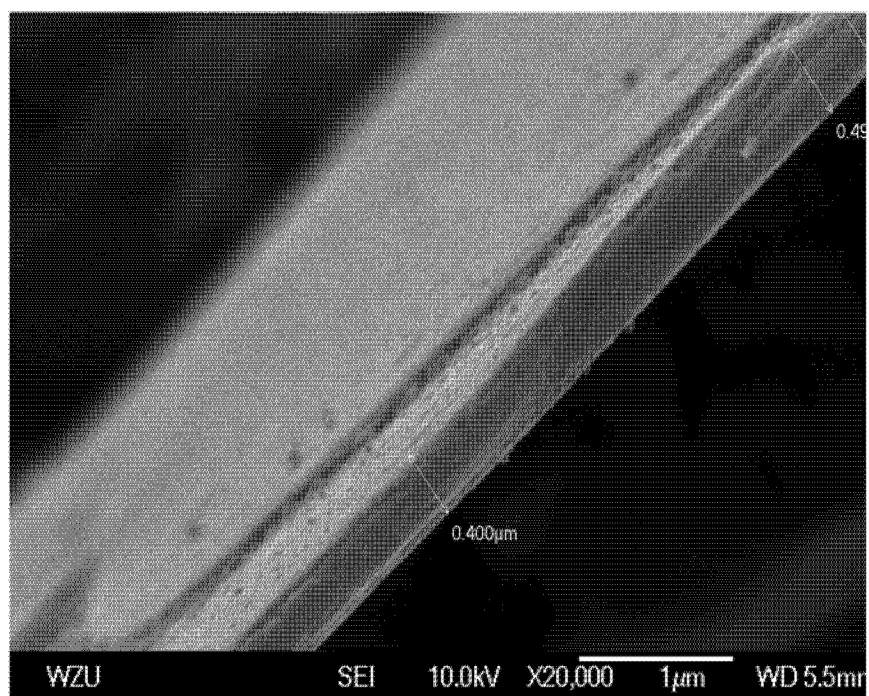


图 2

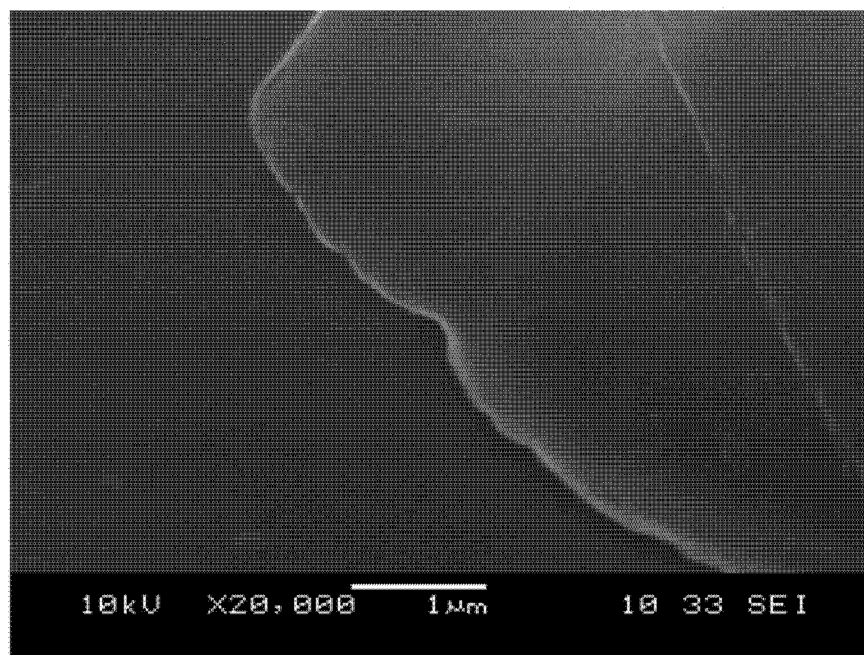


图 3

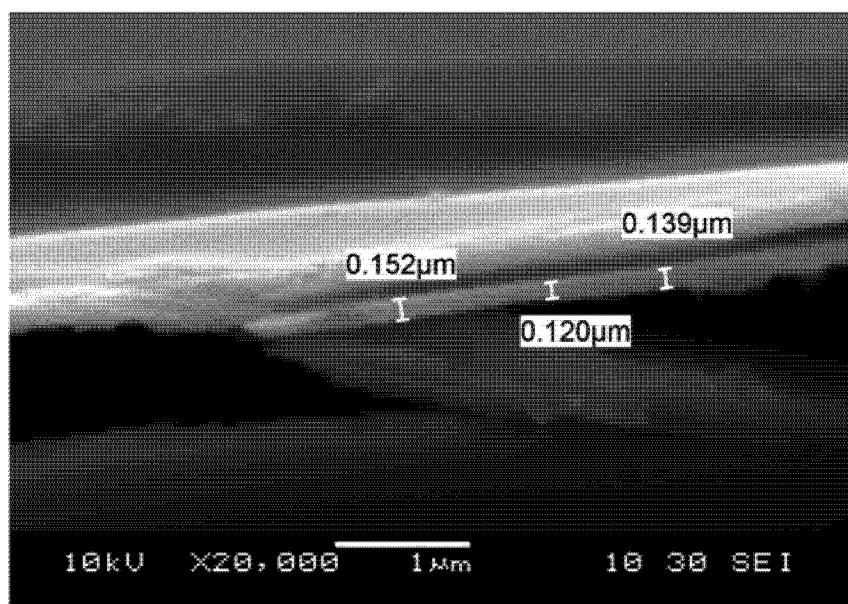


图 4

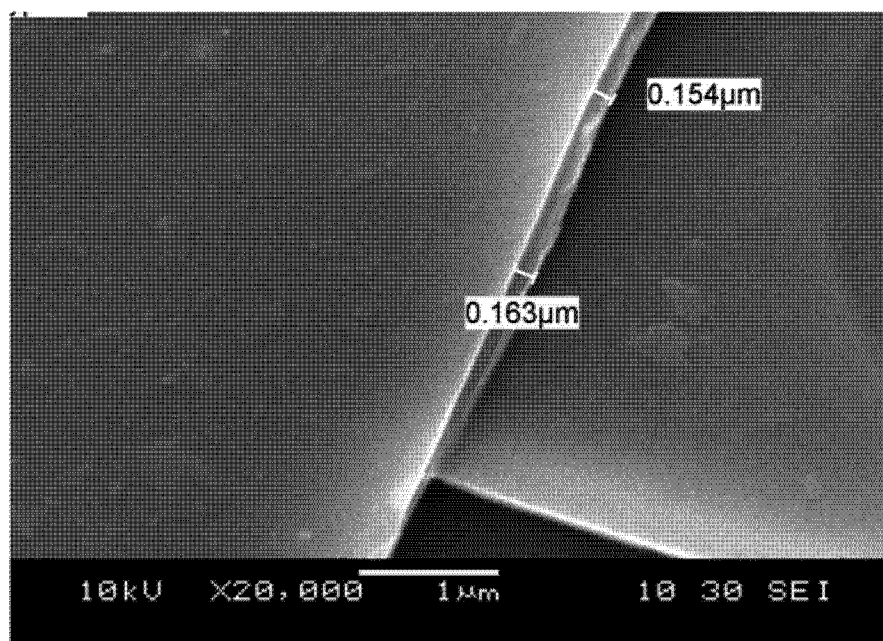


图 5

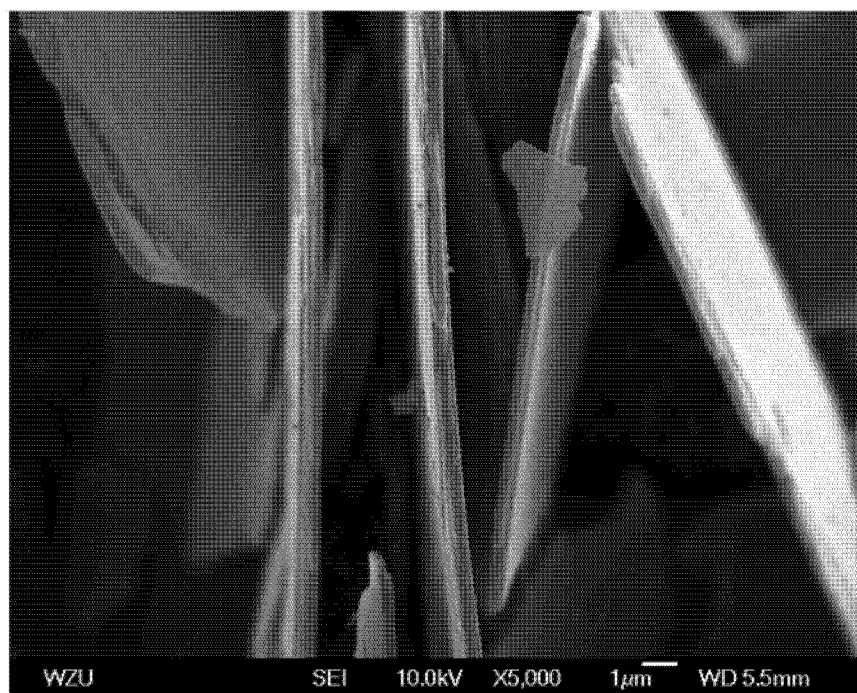


图 6