



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102477229 A

(43) 申请公布日 2012. 05. 30

(21) 申请号 201010553741. 4

(22) 申请日 2010. 11. 23

(71) 申请人 黄石市汇众精细化工有限公司

地址 435200 湖北省阳新县综合农场双港工
业园 8 号

(72) 发明人 周理强

(51) Int. Cl.

C09C 3/06 (2006. 01)

C09C 1/40 (2006. 01)

C09C 1/28 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种氧化铁云母珠光颜料的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种氧化铁云母珠光颜料的制备方法。其技术方案是：将质量分数为 25% 的碳酸钠溶液加入到天然云母粉中（固液比为 0.06），在 80℃ 清洗 1h，然后加入 20% 的盐酸溶液（固液比为 0.1），在 60℃ 清洗 1h 后，再在 800℃ 马弗炉中煅烧 1h。称量 10g 上述预处理过的云母粉置于 1000mL 去离子水中制成悬浮液，加入 50 ~ 200g 尿素，搅拌，升温至 60 ~ 90℃ 保温 0.5-2h 后，在温度保持不变条件下，再缓慢滴加 150 ~ 500g 质量分数为 20% 可溶性铁盐溶液，恒温搅拌 2 ~ 5h，静置 2h，过滤，用去离子水洗涤，在马弗炉中 700 ~ 900℃ 煅烧 2 ~ 6h，冷却，即得氧化铁云母珠光颜料。本发明具有原料易得、成本低廉，工艺控制容易，产品纯度高、性能好等优点。

1. 一种氧化铁云母珠光颜料的制备方法。将质量分数为 25% 的碳酸钠溶液加入到天然云母粉中（固液比为 0.06），在 80℃ 清洗 1h，然后加入 20% 的盐酸溶液（固液比为 0.1），在 60℃ 清洗 1h 后，再在 800℃ 马弗炉中煅烧 1h。称量 10g 上述预处理过的云母粉置于 1000mL 去离子水中制成悬浮液，加入 50 ~ 200g 尿素，搅拌，升温至 60 ~ 90℃ 保温 0.5-2h 后，在温度保持不变条件下，再缓慢滴加 150 ~ 500g 质量分数为 20% 可溶性铁盐溶液，恒温搅拌 2 ~ 5h，静置 2h，过滤，用去离子水洗涤，在马弗炉中 700 ~ 900℃ 煅烧 2 ~ 6h，冷却，即得氧化铁云母珠光颜料。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于所述的可溶性铁盐为硝酸铁或为氯化铁或为硫酸铁。

3. 根据权利要求 1 所述的氧化铁云母珠光颜料的制备方法，其特征在于所制备的氧化铁云母珠光颜料中氧化铁颗粒小，纯度高。

一种氧化铁云母珠光颜料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于云母颜料制备技术领域,尤其涉及一种氧化铁包覆云母珠光颜料的制备方法。

背景技术

[0002] 云母珠光颜料具有天然珍珠光泽,使用后能呈现出既像绸缎般柔和,又像星星般闪烁的装饰效果,由于其具有耐候性、无毒、耐酸、耐碱、不导电、不导磁、化学性质稳定等优良特性而得到迅速发展,广泛应用在一面高级汽车装饰涂料、军事设备伪装、化妆品、皮革、印刷、塑料、陶瓷等领域中;随着人们对用品质量的提高,云母珠光颜料通过各种方式被改性,而氧化铁包覆云母珠光颜料具有光泽柔和、装饰效果好等优点,深受广大用户的喜爱,其发展和应用前景十分广阔。

[0003] 以废铁屑为原料(Laundon Roy David, Wickens Anthony John, Turner John, Harry Wallice. Process for preparing an iron oxide[P]. EP, 0307486, 1989.),用氯气氯化成无水氯化铁,再与工业食盐反应生成熔融复合物,熔融复合物在高温下氧化成云母氧化铁。该方法的反应为放热反应,所以只要预热引发反应,以后则可靠自身反应热维持反应,因而有能耗低的特点。以硫酸法钛白副产物硫酸亚铁为原料(李振民,刘跃进,熊双喜. 钛白副产硫酸亚铁制取云母氧化铁颜料的研究[J]. 湘潭大学自然科学学报, 2003, 25(1): 46-49.),在60℃的条件下,将净化过的硫酸亚铁饱和溶液加入适量98%的浓硫酸氧化生成硫酸铁溶液,向其内滴加氨水溶液后生成氢氧化铁前驱体,将洗涤后的前驱体移入高压釜中,加入氢氧化钠溶液水热结晶,冷却后,取出产品混合物,过滤分离,洗涤,干燥,即得到云母氧化铁。研究表明:产品的粒径随结晶反应介质的浓度增加而增大,前驱物转化的时间随反应介质的浓度的减小和反应温度的升高而减少,粒度分布随结晶陈化时间的增长而趋于均匀。但是上述方法制得氧化铁云母杂质含量同,没有规整的外形,粒度分布不均匀,很难满足一些高档颜料的要求。

发明内容

[0004] 本发明目的提供一种原料易得、操作简单、粒度小且分布均匀氧化铁云母珠光颜料的制备方法。用该方法制备的纳米氧化铁云母珠光颜料,氧化铁粒度细而均匀、平整、致密包覆在去母表面,可获得色泽鲜艳、色相均一干涉光,能够满足一些高档颜料的要求,因此,制备的这种性能优异珠光颜料具有实际应用前景。

[0005] 为实现上述目的,本发明采用的技术方案是:将质量分数为25%的碳酸钠溶液加入到天然云母粉中(固液比为0.06),在80℃清洗1h,然后加入20%的盐酸溶液(固液比为0.1),在60℃清洗1h后,再在800℃马弗炉中煅烧1h。

[0006] 称量10g上述预处理过的云母粉置于1000mL去离子水中制成悬浮液,加入50~200g尿素,搅拌,升温至60~90℃保温0.5-2h后,在温度保持不变条件下,再缓慢滴加150~500g质量分数为20%可溶性铁盐溶液,恒温搅拌2~5h,静置2h,过滤,用去离子水

洗涤,在马弗炉中 700 ~ 900℃煅烧 2 ~ 6h,冷却,即得氧化铁云母珠光颜料。

[0007] 其中:可溶性铁盐为硝酸铁或为氯化铁或为硫酸铁。

[0008] 由于采用上述技术方案,本发明的原料容易在市场上买到且成本较低。本发明所使用的尿素是一种均相沉淀剂,在加热条件下水解生成氢氧根离子,与可溶性铁盐结合包覆在去母表面形成包覆层。此工艺控制容易,包覆物在云母表面分布均匀,颗粒小,包覆紧密,色泽好,产品质量稳定。

[0009] 因此,本发明具有原料易得、成本低廉,工艺控制容易,产品纯度高、性能好等优点。采取本方法制备的纳米氧化铁云母珠光颜料中氧化铁的含量大于 92%,粒径为 10-50um。

具体实施方式

[0010] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步描述,并非对其保护范围的限制。

[0011] 实施例 1

[0012] 一种氧化铁云母珠光颜料的制备方法。将质量分数为 25%的碳酸钠溶液加入到天然云母粉中(固液比为 0.06),在 80℃清洗 1h,然后加入 20%的盐酸溶液(固液比为 0.1),在 60 清洗 1h 后,再在 800℃马弗炉中煅烧 1h。

[0013] 称量 10g 上述预处理过的云母粉置于 1000mL 去离子水中制成悬浮液,加入 50 ~ 80g 尿素,搅拌,升温至 60 ~ 65℃保温 0.5 ~ 1h 后,在温度保持不变条件下,再缓慢滴加 150 ~ 230g 质量分数为 20%硝酸铁溶液,恒温搅拌 2-3h,静置 2h,过滤,用去离子水洗涤,在马弗炉中 700 ~ 750℃煅烧 2 ~ 3.5h,冷却,即得氧化铁云母珠光颜料。

[0014] 本实施例 1 所制备的氧化铁云母珠光颜料中氧化铁的含量大于 92.0%,粒径为 20-40um。

[0015] 实施例 2

[0016] 一种氧化铁云母珠光颜料的制备方法。将质量分数为 25%的碳酸钠溶液加入到天然云母粉中(固液比为 0.06),在 80℃清洗 1h,然后加入 20%的盐酸溶液(固液比为 0.1),在 60 清洗 1h 后,再在 800℃马弗炉中煅烧 1h。

[0017] 称量 10g 上述预处理过的云母粉置于 1000mL 去离子水中制成悬浮液,加入 100 ~ 200g 尿素,搅拌,升温至 70 ~ 80℃保温 1-2h 后,在温度保持不变条件下,再缓慢滴加 350 ~ 450g 质量分数为 20%硝酸铁溶液,恒温搅拌 3 ~ 5h,静置 2h,过滤,用去离子水洗涤,在马弗炉中 800 ~ 840℃煅烧 4 ~ 5h,冷却,即得氧化铁云母珠光颜料。

[0018] 本实施例 2 所制备的氧化铁云母珠光颜料中氧化铁的含量大于 92.5%,粒径为 30-50um。

[0019] 实施例 3

[0020] 一种氧化铁云母珠光颜料的制备方法。将质量分数为 25%的碳酸钠溶液加入到天然云母粉中(固液比为 0.06),在 80℃清洗 1h,然后加入 20%的盐酸溶液(固液比为 0.1),在 60 清洗 1h 后,再在 800℃马弗炉中煅烧 1h。

[0021] 称量 10g 上述预处理过的云母粉置于 1000mL 去离子水中制成悬浮液,加入 80 ~ 120g 尿素,搅拌,升温至 80 ~ 90℃保温 1-1.5h 后,在温度保持不变条件下,再缓慢滴加 200 ~ 300g 质量分数为 20%氯化铁溶液,恒温搅拌 3 ~ 4h,静置 2h,过滤,用去离子水洗涤,

在马弗炉中 800 ~ 900℃煅烧 2 ~ 3h,冷却,即得氧化铁云母珠光颜料。

[0022] 本实施例 3 所制备的氧化铁云母珠光颜料中氧化铁的含量大于 93.0%,粒径为 40-50um。

[0023] 实施例 4

[0024] 一种氧化铁云母珠光颜料的制备方法。将质量分数为 25%的碳酸钠溶液加入到天然云母粉中(固液比为 0.06),在 80℃清洗 1h,然后加入 20%的盐酸溶液(固液比为 0.1),在 60 清洗 1h 后,再在 800℃马弗炉中煅烧 1h。

[0025] 称量 10g 上述预处理过的云母粉置于 1000mL 去离子水中制成悬浮液,加入 150 ~ 200g 尿素,搅拌,升温至 70 ~ 75℃保温 1.5-2h 后,在温度保持不变条件下,再缓慢滴加 400 ~ 500g 质量分数为 20%氯化铁溶液,恒温搅拌 4 ~ 5h,静置 2h,过滤,用去离子水洗涤,在马弗炉中 760 ~ 800℃煅烧 3 ~ 5h,冷却,即得氧化铁云母珠光颜料。

[0026] 本实施例 4 所制备的氧化铁云母珠光颜料中氧化铁的含量大于 92.5%,粒径为 10-30um。

[0027] 实施例 5

[0028] 一种氧化铁云母珠光颜料的制备方法。将质量分数为 25%的碳酸钠溶液加入到天然云母粉中(固液比为 0.06),在 80℃清洗 1h,然后加入 20%的盐酸溶液(固液比为 0.1),在 60 清洗 1h 后,再在 800℃马弗炉中煅烧 1h。

[0029] 称量 10g 上述预处理过的云母粉置于 1000mL 去离子水中制成悬浮液,加入 70 ~ 100g 尿素,搅拌,升温至 65 ~ 75℃保温 0.5-1h 后,在温度保持不变条件下,再缓慢滴加 180 ~ 250g 质量分数为 20%硫酸铁溶液,恒温搅拌 2 ~ 4h,静置 2h,过滤,用去离子水洗涤,在马弗炉中 730 ~ 790℃煅烧 3 ~ 4h,冷却,即得氧化铁云母珠光颜料。

[0030] 本实施例 5 所制备的氧化铁云母珠光颜料中氧化铁的含量大于 93.5%,粒径为 15-25um。

[0031] 实施例 6

[0032] 一种氧化铁云母珠光颜料的制备方法。将质量分数为 25%的碳酸钠溶液加入到天然云母粉中(固液比为 0.06),在 80℃清洗 1h,然后加入 20%的盐酸溶液(固液比为 0.1),在 60 清洗 1h 后,再在 800℃马弗炉中煅烧 1h。

[0033] 称量 10g 上述预处理过的云母粉置于 1000mL 去离子水中制成悬浮液,加入 140 ~ 180g 尿素,搅拌,升温至 80 ~ 90℃保温 1.5-2h 后,在温度保持不变条件下,再缓慢滴加 360 ~ 450g 质量分数为 20%硫酸铁溶液,恒温搅拌 4 ~ 5h,静置 2h,过滤,用去离子水洗涤,在马弗炉中 830 ~ 900℃煅烧 5 ~ 6h,冷却,即得氧化铁云母珠光颜料。

[0034] 本实施例 5 所制备的氧化铁云母珠光颜料中氧化铁的含量大于 92.5%,粒径为 35-50um。

[0035] 本具体实施例中的原料容易在市场上买到且成本较低。本发明所使用的尿素是一种均相沉淀剂,在加热条件下水解生成氢氧根离子,与可溶性铁盐结合包覆在去母表面形成包覆层。此工艺控制容易,包覆物在云母表面分布均匀,颗粒小,包覆紧密,色泽好,产品质量稳定。

[0036] 因此,本发明具有原料易得、成本低廉,工艺控制容易,产品纯度高、性能好等优点。采取本方法制备的纳米氧化铁云母珠光颜料中氧化铁的含量大于 92%,粒径为 10-50um。