



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104860535 A

(43) 申请公布日 2015. 08. 26

(21) 申请号 201510223802. 3

(22) 申请日 2015. 05. 05

(71) 申请人 江油市明瑞反光材料科技有限公司
地址 621741 四川省绵阳市江油市工业开发
区会昌西路

(72) 发明人 凌岩 周建兵

(74) 专利代理机构 北京联瑞联丰知识产权代理
事务所(普通合伙) 11411
代理人 曾少丽

(51) Int. Cl.

C03C 6/04(2006. 01)

C03B 19/10(2006. 01)

权利要求书2页 说明书8页

(54) 发明名称

一种大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺,属于玻璃微珠制造技术领域,包括如下步骤:a、原料的准备:原料组份的百分比为:二氧化钛或钛白粉 28~60%;氧化钡或碳酸钡 30~55%;二氧化硅或石英砂 3~18%;氧化钙或石灰石 1~10%;氧化锌 0~10%;碱金属氧化物 0~5%;上述组份的质量百分比之和为 100%;按照上述百分比配制好原料后,用球磨机对其进行球磨,接着过滤,得粒度为 10~50um 的原料;b、玻璃微珠的制备:1) 原料的融化;2)、玻璃微珠的成型及冷却。采用本发明所提供的生产工艺,能够大量地生产 150~1060 μm、折射率为 1.90~1.95 的玻璃微珠,且生产出的玻璃微珠质量好,废品率底,大大提高了企业的生产效率,降低了生产成本。

1. 一种大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺,其特征在於,包括如下步骤:

a、原料的准备:原料组份的百分比为:

二氧化钛或钛白粉	28~60%;
氧化钡或碳酸钡	30~55%;
二氧化硅或石英砂	3~18%;
氧化钙或石灰石	1~10%;
氧化锌	0~10%;
碱金属氧化物	0~5%;

上述组份的质量百分比之和为 100%;

按照上述百分比配制好原料后,用球磨机对其进行球磨,接着过滤,得粒度为 10 ~ 50um 的原料;

b、玻璃微珠的制备:

1) 原料的融化:先以 5 ~ 100m/s 的速度,分别将燃烧气体和助燃气体喷进喷枪;燃烧气体和助燃气体在喷枪中混合均匀的同时,利用高压带动匀速加入喷枪中的原料一起喷进成珠炉;接着在成珠炉中点燃燃烧气体,让原料在 1000 ~ 1500℃ 的温度下受热融化;燃烧气体在成珠炉中燃烧时的火焰长度为 1 ~ 5m;

2)、玻璃微珠的成型及冷却:当原料在成珠炉中受热完全融化,形成成型的玻璃微珠后,1 ~ 30s 内将成型的玻璃微珠降温到 400℃ 以下;成型后的玻璃微珠冷却时,利用冷却介质降温;

所述大规格、高折射玻璃微珠的直径为 150 ~ 1060 μ m、折射率为 1.90 ~ 1.95。

2. 根据权利要求 1 所述的大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺,其特征在於:所述步骤 a 中,原料组份的百分比为:

二氧化钛或钛白粉	35~45%;
氧化钡或碳酸钡	40~50%;
二氧化硅或石英砂	6~10%;
氧化钙或石灰石	3~6%;
氧化锌	3~5%;
碱金属氧化物	2~3%;

上述组份的质量百分比之和为 100%。

3. 根据权利要求 1 所述的大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺,其特征在於:所述步骤 a 中,原料组份的百分比为:

二氧化钛或钛白粉	38%;
氧化钡或碳酸钡	43%;
二氧化硅或石英砂	8%;
氧化钙或石灰石	4.5%;
氧化锌	4%;
碱金属氧化物	2.5%。

4. 根据权利要求 1 ~ 3 任一项所述的大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺,其特征在 于:所述步骤 a 中,所述碱金属氧化物为氧化钾、氧化钙或氧化钠。

5. 根据权利要求 4 所述的大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺,其特征在 于:所述步骤 b 中步骤 2) 后,还包括残次品的去除:在玻璃微珠冷却后,先经过滤孔直径小于 150 μm 的 过滤板,再经过滤孔直径大于 1060 μm 的过滤板,将规格不符合要求的成型玻璃微珠去除 掉。

6. 根据权利要求 6 所述的大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺,其特征在 于:在所述燃 烧室上,外接有除尘器。

一种大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及一种大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺,属于玻璃微珠制造技术领域。

背景技术

[0002] 折射率在 1.90 ~ 1.95 之间的玻璃微珠,其玻璃成分中不含有铅、镉和铊等对环境有害的成分,其主要成分为氧化钡二氧化钛和二氧化硅,其中氧化钡和氧化钛含量超过 75%。目前所使用的高折射率玻璃微珠主要是用于反光布和反光膜上,其主要粒径范围在 25 ~ 90 微米,最大不超过 105 微米。由于高折射率玻璃成分中形成玻璃构架的成分非常低,如二氧化硅和三氧化二硼等,因此高折射率玻璃析晶倾向特别大,故而导致玻璃微珠的粒径越大,生产难度越高。此外高折射率玻璃的密度超过 4 克 / 立方厘米,远远大于普通玻璃 2.5 的密度。因而现有的工艺无法生产大规格的高折射率玻璃微珠,尤其是 150 μm 以上的高折射率微珠。而高折射率玻璃微珠是回归式反光材料中必不可少的添加材料,回归式反光材料利用高折射率玻璃微珠特有的光学性能,即将由光源射来的光线向光源方向进行反射,并保持在一个不大的角锥内。目前,国内使用的回归式反光材料大部分是从美国 3M 公司进口,高折射率玻璃微珠在我国只有少数几家采用铂金坩埚熔融法生产,其产品技术参数很不稳定,且设备投资大、耗能高、成品牢固性低,难以大规模批量生产。

[0003] 专利申请号为 200910220613.5 的发明专利——高折射率玻璃微珠的制造方法,该方法制备的高折射率玻璃微珠原料按下述重量百分比配制: TiO_2 25 ~ 50%, BaCO_3 10 ~ 30%, SiO_2 15 ~ 25%, B_2O_3 5 ~ 13%, CaCO_3 5 ~ 15%, ZnO 5 ~ 10%, 及 Na_2O 1 ~ 5%; 其工艺过程如下:给玻璃原料配料,将按上述重量百分比配制的原料,按原料:水 = 1:0.6 的重量比,在水溶液中充分混合均匀;将混合后的料浆球磨 24 小时;料浆过筛、除铁;然后将料浆喷雾干燥;用喷烧器将喷雾干燥粉喷烧成玻璃微珠;将制得的粒径为 30 ~ 150 微米的玻璃微珠筛分出来后进行检验,最后制得成品;所述高折射率为 $\text{ND} \geq 1.93$ 。虽然该发明专利,采用喷雾干燥,也实现了高折射率玻璃微珠生产的较高产量、较高稳定性,可以实现大规模批量生产;但对于大规格的高折射玻璃微珠,特别是直径为 150 ~ 1060 μm 、折射率为 1.90 ~ 1.95 的玻璃微珠,采用该方法来生产,不能很好地批量生产出来,废品率高,且生产出的玻璃微珠的光学性能和机械强度都不是很好,大大增加了厂家的生产成本。

发明内容

[0004] 针对以上现有技术的不足,本发明提供了一种大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺,包括如下步骤:

[0005] a、原料的准备:原料组份的百分比为:

[0006]

二氧化钛或钛白粉	28~60%;
氧化钡或碳酸钡	30~55%;
二氧化硅或石英砂	3~18%;
氧化钙或石灰石	1~10%;
氧化锌	0~10%;
碱金属氧化物	0~5%;

[0007] 上述组份的质量百分比之和为 100%；

[0008] 按照上述百分比配制好原料后,用球磨机对其进行球磨,接着过滤,得粒度为 10 ~ 50um 的原料；

[0009] b、玻璃微珠的制备：

[0010] 1) 原料的融化：先以 5 ~ 100m/s 的速度,分别将燃烧气体和助燃气体喷进喷枪；燃烧气体和助燃气体在喷枪中混合均匀的同时,利用高压带动匀速加入喷枪中的原料一起喷进成珠炉；接着在成珠炉中点燃燃烧气体,让原料在 1000 ~ 1500℃ 的温度下受热融化；燃烧气体在成珠炉中燃烧时的火焰长度为 1 ~ 5m；

[0011] 2)、玻璃微珠的成型及冷却：当原料在成珠炉中受热完全融化,形成成型的玻璃微珠后,1 ~ 30s 内将成型的玻璃微珠降温到 400℃ 以下；成型后的玻璃微珠冷却时,利用冷却介质降温；

[0012] 所述大规格、高折射玻璃微珠的直径为 150 ~ 1060 μ m、折射率为 1.90 ~ 1.95。

[0013] 优选的,所述步骤 a 中,原料组份的百分比为：

[0014]

二氧化钛或钛白粉	35~45%;
氧化钡或碳酸钡	40~50%;
二氧化硅或石英砂	6~10%;
氧化钙或石灰石	3~6%;
氧化锌	3~5%;
碱金属氧化物	2~3%;

[0015] 上述组份的质量百分比之和为 100%。

[0016] 优选的,所述步骤 a 中,原料组份的百分比为：

[0017]

二氧化钛或钛白粉	38%;
氧化钡或碳酸钡	43%;
二氧化硅或石英砂	8%;
氧化钙或石灰石	4.5%;
氧化锌	4%;
碱金属氧化物	2.5%。

[0018] 优选的,所述步骤 a 中,所述碱金属氧化物为氧化钾、氧化钙或氧化钠。

[0019] 优选的,为了能将不符合规格的玻璃微珠从制作出的玻璃微珠中除掉,所述步骤 b 中步骤 2) 后,还包括残次品的去除:在玻璃微珠冷却后,先经过滤孔直径小于 150 μm 的过滤板,再经过滤孔直径大于 1060 μm 的过滤板,将规格不符合要求的成型玻璃微珠去除掉。

[0020] 优选的,为了除掉废气及废尘,同时还保护环境,在所述燃烧室上,外接有除尘器。

[0021] 本发明的有益效果在于:本发明所提供的大规格、高折射玻璃微珠的生产工艺,将燃烧气体和助燃气体混合后利用高压带动原料一起进入成珠炉中燃烧,大大简化了工人的操作程序;同时,由于燃烧气体和助燃气体都是高速进入成珠炉,使得燃烧气体燃烧时的火焰长度很长,保证了原料的充分受热,能够全部融化,成品率显著提高;还有,在玻璃微珠成型后,在 1 ~ 30s 的时间内将其降温,防止造成内应力过大,影响珠子的光学性能和机械强度,使得生产出的玻璃微珠质量非常好;最后,本生产工艺操作简单,能够大批量的生产直径为 150 ~ 1060 μm 、折射率为 1.90 ~ 1.95 的玻璃微珠,提高了企业的生产效率,降低了生产成本。

具体实施方式

[0022] 下面,将对本发明中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明的较佳实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0023] 实施例 1

[0024] 一种直径为 150 ~ 1060 μm 、折射率为 1.90 ~ 1.95 的玻璃微珠的生产工艺,包括如下步骤:

[0025] a、原料的准备:原料组份的百分比为:

[0026]

二氧化钛或钛白粉	60%;
氧化钡或碳酸钡	33%;
二氧化硅或石英砂	3%;
氧化钙或石灰石	1%;
氧化锌	2%;
氧化钾	1%;

[0027] 按照上述百分比配制好原料后,用球磨机对其进行球磨,接着过滤,得粒度为 10 ~ 15um 的原料;

[0028] b、玻璃微珠的制备:

[0029] 1) 原料的融化:先以 5 ~ 20m/s 的速度,分别将燃烧气体和助燃气体喷进喷枪;燃烧气体和助燃气体在喷枪中混合均匀的同时,利用高压带动匀速加入喷枪中的原料一起喷进成珠炉;接着在成珠炉中点燃燃烧气体,让原料在 1000℃ 的温度下受热融化;燃烧气体在成珠炉中燃烧时的火焰长度为 1 ~ 1.5m;所述燃烧室上,外接有除尘器。

[0030] 2)、玻璃微珠的成型及冷却:当原料在成珠炉中受热完全融化,形成成型的玻璃微珠后,25 ~ 30s 内将成型的玻璃微珠降温到 400℃;成型后的玻璃微珠冷却时,利用冷却介质降温。

[0031] 3) 残次品的去除:在玻璃微珠冷却后,先经过滤孔直径小于 150 μm 的过滤板,再经过滤孔直径大于 1060 μm 的过滤板,将规格不符合要求的成型玻璃微珠去除掉。

[0032] 实施例 2

[0033] 一种直径为 150 ~ 1060 μm、折射率为 1.90 ~ 1.95 的玻璃微珠的生产工艺,包括如下步骤:

[0034] a、原料的准备:原料组份的百分比为:

[0035]

二氧化钛或钛白粉	48%;
氧化钡或碳酸钡	38%;
二氧化硅或石英砂	5%;
氧化钙或石灰石	3%;
氧化锌	4%;
氧化钾	2%;

[0036] 按照上述百分比配制好原料后,用球磨机对其进行球磨,接着过滤,得粒度为 15 ~ 20um 的原料;

[0037] b、玻璃微珠的制备:

[0038] 1) 原料的融化 :先以 20 ~ 35m/s 的速度,分别将燃烧气体和助燃气体喷进喷枪 ;燃烧气体和助燃气体在喷枪中混合均匀的同时,利用高压带动匀速加入喷枪中的原料一起喷进成珠炉 ;接着在成珠炉中点燃燃烧气体,让原料在 1100℃ 的温度下受热融化 ;燃烧气体在成珠炉中燃烧时的火焰长度为 1.5 ~ 2m ;所述燃烧室上,外接有除尘器。

[0039] 2)、玻璃微珠的成型及冷却 :当原料在成珠炉中受热完全融化,形成成型的玻璃微珠后,20 ~ 25s 内将成型的玻璃微珠降温到 400℃ ;成型后的玻璃微珠冷却时,利用冷却介质降温。

[0040] 3) 残次品的去除 :在玻璃微珠冷却后,先经过滤孔直径小于 150 μ m 的过滤板,再经过滤孔直径大于 1060 μ m 的过滤板,将规格不符合要求的成型玻璃微珠去除掉。

[0041] 实施例 3

[0042] 一种直径为 150 ~ 1060 μ m、折射率为 1.90 ~ 1.95 的玻璃微珠的生产工艺,包括如下步骤 :

[0043] a、原料的准备 :原料组份的百分比为 :

[0044]

二氧化钛或钛白粉	40%;
氧化钡或碳酸钡	36%;
二氧化硅或石英砂	18%;
氧化钙或石灰石	2%;
氧化锌	1%;
碱金属氧化物	1%;

[0045] 按照上述百分比配制好原料后,用球磨机对其进行球磨,接着过滤,得粒度为 20 ~ 25um 的原料 ;

[0046] b、玻璃微珠的制备 :

[0047] 1) 原料的融化 :先以 35 ~ 50m/s 的速度,分别将燃烧气体和助燃气体喷进喷枪 ;燃烧气体和助燃气体在喷枪中混合均匀的同时,利用高压带动匀速加入喷枪中的原料一起喷进成珠炉 ;接着在成珠炉中点燃燃烧气体,让原料在 1200℃ 的温度下受热融化 ;燃烧气体在成珠炉中燃烧时的火焰长度为 2 ~ 2.5m ;所述燃烧室上,外接有除尘器。

[0048] 2)、玻璃微珠的成型及冷却 :当原料在成珠炉中受热完全融化,形成成型的玻璃微珠后,15 ~ 20s 内将成型的玻璃微珠降温到 400℃ ;成型后的玻璃微珠冷却时,利用冷却介质降温。

[0049] 3) 残次品的去除 :在玻璃微珠冷却后,先经过滤孔直径小于 150 μ m 的过滤板,再经过滤孔直径大于 1060 μ m 的过滤板,将规格不符合要求的成型玻璃微珠去除掉。

[0050] 实施例 4

[0051] 一种直径为 150 ~ 1060 μ m、折射率为 1.90 ~ 1.95 的玻璃微珠的生产工艺,包括如下步骤 :

[0052] a、原料的准备 :原料组份的百分比为 :

[0053]

二氧化钛或钛白粉	38%;
氧化钡或碳酸钡	43%;
二氧化硅或石英砂	8%;
氧化钙或石灰石	4.5%;
氧化锌	4%;
碱金属氧化物	2.5%;

[0054] 按照上述百分比配制好原料后,用球磨机对其进行球磨,接着过滤,得粒度为 25 ~ 30 μm 的原料;

[0055] b、玻璃微珠的制备:

[0056] 1) 原料的融化:先以 50 ~ 65m/s 的速度,分别将燃烧气体和助燃气体喷进喷枪;燃烧气体和助燃气体在喷枪中混合均匀的同时,利用高压带动匀速加入喷枪中的原料一起喷进成珠炉;接着在成珠炉中点燃燃烧气体,让原料在 1250 $^{\circ}\text{C}$ 的温度下受热融化;燃烧气体在成珠炉中燃烧时的火焰长度为 3 ~ 3.5m;所述燃烧室上,外接有除尘器。

[0057] 2)、玻璃微珠的成型及冷却:当原料在成珠炉中受热完全融化,形成成型的玻璃微珠后,10 ~ 15s 内将成型的玻璃微珠降温到 400 $^{\circ}\text{C}$;成型后的玻璃微珠冷却时,利用冷却介质降温。

[0058] 3) 残次品的去除:在玻璃微珠冷却后,先经过滤孔直径小于 150 μm 的过滤板,再经过滤孔直径大于 1060 μm 的过滤板,将规格不符合要求的成型玻璃微珠去除掉。

[0059] 实施例 5

[0060] 一种直径为 150 ~ 1060 μm 、折射率为 1.90 ~ 1.95 的玻璃微珠的生产工艺,包括如下步骤:

[0061] a、原料的准备:原料组份的百分比为:

[0062]

二氧化钛或钛白粉	36%;
氧化钡或碳酸钡	46%;
二氧化硅或石英砂	5%;
氧化钙或石灰石	1%;
氧化锌	10%;
氧化钾	2%;

[0063] 按照上述百分比配制好原料后,用球磨机对其进行球磨,接着过滤,得粒度为 30 ~ 35 μm 的原料;

[0064] b、玻璃微珠的制备：

[0065] 1) 原料的融化：先以 65 ~ 80m/s 的速度，分别将燃烧气体和助燃气体喷进喷枪；燃烧气体和助燃气体在喷枪中混合均匀的同时，利用高压带动匀速加入喷枪中的原料一起喷进成珠炉；接着在成珠炉中点燃燃烧气体，让原料在 1300℃ 的温度下受热融化；燃烧气体在成珠炉中燃烧时的火焰长度为 3.5 ~ 4m；所述燃烧室上，外接有除尘器。

[0066] 2)、玻璃微珠的成型及冷却：当原料在成珠炉中受热完全融化，形成成型的玻璃微珠后，8 ~ 15s 内将成型的玻璃微珠降温到 400℃；成型后的玻璃微珠冷却时，利用冷却介质降温。

[0067] 3) 残次品的去除：在玻璃微珠冷却后，先经过滤孔直径小于 150 μm 的过滤板，再经过滤孔直径大于 1060 μm 的过滤板，将规格不符合要求的成型玻璃微珠去除掉。

[0068] 实施例 6

[0069] 一种直径为 150 ~ 1060 μm、折射率为 1.90 ~ 1.95 的玻璃微珠的生产工艺，包括如下步骤：

[0070] a、原料的准备：原料组份的百分比为：

[0071]

二氧化钛或钛白粉	30%;
氧化钡或碳酸钡	49%;
二氧化硅或石英砂	3%;
氧化钙或石灰石	10%;
氧化锌	5%;
氧化钾	3%;

[0072] 按照上述百分比配制好原料后，用球磨机对其进行球磨，接着过滤，得粒度为 35 ~ 40um 的原料；

[0073] b、玻璃微珠的制备：

[0074] 1) 原料的融化：先以 80 ~ 90m/s 的速度，分别将燃烧气体和助燃气体喷进喷枪；燃烧气体和助燃气体在喷枪中混合均匀的同时，利用高压带动匀速加入喷枪中的原料一起喷进成珠炉；接着在成珠炉中点燃燃烧气体，让原料在 1400℃ 的温度下受热融化；燃烧气体在成珠炉中燃烧时的火焰长度为 4 ~ 4.5m；所述燃烧室上，外接有除尘器。

[0075] 2)、玻璃微珠的成型及冷却：当原料在成珠炉中受热完全融化，形成成型的玻璃微珠后，5 ~ 15s 内将成型的玻璃微珠降温到 400℃；成型后的玻璃微珠冷却时，利用冷却介质降温。

[0076] 3) 残次品的去除：在玻璃微珠冷却后，先经过滤孔直径小于 150 μm 的过滤板，再经过滤孔直径大于 1060 μm 的过滤板，将规格不符合要求的成型玻璃微珠去除掉。

[0077] 实施例 7

[0078] 一种直径为 150 ~ 1060 μm、折射率为 1.90 ~ 1.95 的玻璃微珠的生产工艺，包括

如下步骤：

[0079] a、原料的准备：原料组份的百分比为：

[0080]

二氧化钛或钛白粉 28%；

氧化钡或碳酸钡 55%；

二氧化硅或石英砂 1%；

[0081]

氧化钙或石灰石 2%；

氧化锌 9%；

氧化钾 5%；

[0082] 按照上述百分比配制好原料后，用球磨机对其进行球磨，接着过滤，得粒度为 40 ~ 50um 的原料；

[0083] b、玻璃微珠的制备：

[0084] 1) 原料的融化：先以 90 ~ 100m/s 的速度，分别将燃烧气体和助燃气体喷进喷枪；燃烧气体和助燃气体在喷枪中混合均匀的同时，利用高压带动匀速加入喷枪中的原料一起喷进成珠炉；接着在成珠炉中点燃燃烧气体，让原料在 1500℃ 的温度下受热融化；燃烧气体在成珠炉中燃烧时的火焰长度为 4.5 ~ 5m；所述燃烧室上，外接有除尘器。

[0085] 2)、玻璃微珠的成型及冷却：当原料在成珠炉中受热完全融化，形成成型的玻璃微珠后，5 ~ 15s 内将成型的玻璃微珠降温到 400℃；成型后的玻璃微珠冷却时，利用冷却介质降温。

[0086] 3) 残次品的去除：在玻璃微珠冷却后，先经过滤孔直径小于 150 μm 的过滤板，再经过滤孔直径大于 1060 μm 的过滤板，将规格不符合要求的成型玻璃微珠去除掉。

[0087] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已，并不用以限制本发明，凡在本发明的精神和原则之内，所作的任何修改、等同替换、改进等，均应包含在本发明的保护范围之内。