



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110128873 B

(45) 授权公告日 2022.03.15

(21) 申请号 201811062271.4

(22) 申请日 2018.09.12

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 110128873 A

(43) 申请公布日 2019.08.16

(73) 专利权人 惠州市峻涛新材料科技有限公司  
地址 516200 广东省惠州市惠阳区永湖镇  
稻园村地段

(72) 发明人 瞿晓岳 雷庆昌 瞿祥慧

(74) 专利代理机构 深圳市惠邦知识产权代理事  
务所 44271

代理人 满群

(51) Int. Cl.

C09D 11/037 (2014.01)

C23C 14/20 (2006.01)

C23C 14/35 (2006.01)

C23C 14/56 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 101585978 A, 2009.11.25

CN 101824248 A, 2010.09.08

CN 107245701 A, 2017.10.13

CN 104883921 A, 2015.09.02

JP 5306557 B1, 2013.10.02

EP 2640864 A1, 2013.09.25

CN 103498128 A, 2014.01.08

CN 1189177 A, 1998.07.29

CN 108275890 A, 2018.07.13

CN 104148655 A, 2014.11.19

Berger, Olaf等. "Commercial white paint as back surface reflector for thin-film solar cells". 《SOLAR ENERGY MATERIALS AND SOLAR CELLS》. 2007, 第91卷(第13期), 第1215-1221页.

审查员 蒋秋月

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

黑金刚镜面银颜料及其制造方法

(57) 摘要

本发明涉及一种黑金刚镜面银颜料及其制造方法。该黑金刚镜面银颜料由片状复合金属颗粒10~15%、分散剂84~90%和助剂0~1.5%组成；制造方法包括：(1)在塑料薄膜基材上涂布1~2 μm厚度的树脂层，利用PVD方法依次将铝和镍沉积在树脂层表面形成纳米厚度的复合金属膜；(2)用溶剂将树脂溶解，使复合金属膜从基材分离，得到由溶剂、树脂和复合金属片组成的混合液；(3)再进行粉碎、过滤，加入助剂，用溶剂调节固含量，得到由溶剂、助剂和纳米厚度复合金属片组成的黑金刚镜面银颜料。

1. 一种黑金刚镜面银颜料,其特征在於,所述黑金刚镜面银颜料由片状复合金属颗粒、分散剂和助剂组成;所述黑金刚镜面银颜料由如下重量百分比的配料组成:

复合金属片颗粒10~15% 分散剂84~90% 助剂0~1.5%;所述片状复合金属颗粒,是指由铝和镍复合而成的多层纳米膜片,其多层结构可选用“铝-镍-铝”或“铝-镍”或“镍-铝-镍”,其厚度为8~20nm,粒径(d50)5~20 $\mu$ m,所述助剂是防沉剂。

2. 一种黑金刚镜面银颜料的制造方法,其特征在於,包括以下工序:

(1)在塑料薄膜基材上涂布1~2 $\mu$ m厚度的树脂层,利用PVD方法依次将铝和镍沉积在树脂层表面形成纳米厚度的复合金属膜;所述PVD方法是指连续卷绕式真空溅射镀膜或连续卷绕式真空离子镀膜或连续卷绕式真空蒸发镀膜;所述的塑料薄膜是聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)或聚丙烯(PP);

所述工序(1)进一步包括:将涂布了树脂层的PET薄膜置于连续卷绕磁控溅射镀膜机中,采用一个高纯镍靶和两个高纯铝靶组合,按照铝-镍-铝的顺序排布,溅射操作主要条件:卷绕带速10m/min,低温泵真空度 $2.5 \times 10^{-1}$ Pa,分子泵真空度 $10^{-1}$ Pa,卷绕区真空度 $5.8 \times 10^{-1}$ Pa,镀膜区真空度 $1.2 \times 10^{-1}$ Pa,直流电流10A,放电工作气体为氩气,溅射镀膜形成光滑致密的“铝-镍-铝”复合金属层,厚度8~9nm;

(2)用溶剂将树脂溶解,使复合金属膜从基材分离,得到由溶剂、树脂和复合金属片组成的混合液;

(3)再进行粉碎、过滤,加入助剂,用溶剂调节固含量,得到由溶剂、助剂和纳米厚度复合金属片组成的黑金刚镜面银颜料;

所述工序(3)进一步包括:将液固混合物用高速搅拌进行粉碎,再经过滤将树脂分离掉,得到的浆料加入丙二醇甲醚醋酸酯调整固含量,加入1%防沉剂,得墨绿色浆状流体的黑金刚镜面银颜料,复合金属含量15%,溶剂丙二醇甲醚醋酸酯84%,防沉剂1%,颗粒片厚度8~9nm,粒径(d50)5~6 $\mu$ m。

3. 根据权利要求2所述黑金刚镜面银颜料的制造方法,其特征在於,所述工序(1)进一步包括:将涂布了树脂层的PET薄膜置于连续卷绕磁控溅射镀膜机中,采用两个高纯镍靶和四个高纯铝靶组合,按照镍-铝-铝-铝-铝-镍的顺序排布,溅射操作主要条件:卷绕带速15m/min,低温泵真空度 $2.5 \times 10^{-1}$ Pa,分子泵真空度 $10^{-1}$ Pa,卷绕区真空度 $5.8 \times 10^{-1}$ Pa,镀膜区真空度 $1.2 \times 10^{-1}$ Pa,直流电流10A,放电工作气体为氩气;溅射镀膜形成光滑致密的“镍-铝-镍”复合金属层,厚度10~12nm。

4. 根据权利要求2所述黑金刚镜面银颜料的制造方法,其特征在於,所述工序(3)进一步包括:将液固混合物用高速搅拌进行粉碎,再过滤将树脂分离掉,将片状合金浆料、硬脂酸、丙二醇甲醚按质量比10:1:89混合,在转速50转/分钟和60 $^{\circ}$ C下反应5小时,使硬脂酸吸附在片状复合金属表面上,加入1%防沉剂,制得墨绿色浆状流体的黑金刚镜面银浆;所述黑金刚镜面银浆的颗粒片厚度10~12nm,粒径(d50)9~10 $\mu$ m,浆料复合金属含量10%,溶剂丙二醇甲醚89%,防沉剂1%。

## 黑金刚镜面银颜料及其制造方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种油墨技术领域,特别涉及一种黑金刚镜面银颜料及其制造方法。

### 背景技术

[0002] 镜面银是以铝为材料,利用PVD方法制成的厚度为20~40nm的铝片颗粒分散在有机溶剂中的一种浆状高级金属颜料,用其配制的镜面油墨印刷在承印表面上后,纳米铝片彼此平行排列,从而形成如银镜一样的光反射效果,因而得名“镜面银”。

[0003] 镜面银为银白色,色泽单一,市场上对其他颜色的镜面银一直迫切需要。为了得到黑金刚色镜面银效果,油墨行业采取的方法是向镜面银中加入黑色有机染料,虽然可以获得黑金刚颜色,但镜面银特有的镜面效果和金属光泽大大减弱,目前,市场缺少一种既能够保持镜面银的镜面效果和金属光泽,又具有黑金刚色的镜面颜料。

### 发明内容

[0004] 本发明提供一种以铝和镍为复合材料的黑金刚镜面银颜料,既保持镜面效果和金属光泽像现有的镜面银一样不减弱,又具有黑金刚颜色,且可以通过调整铝和镍的配比,使黑金刚色泽深浅可控的黑金刚镜面银颜料。本发明的另一目的是提供一种真空溅射镀膜或真空离子镀膜或真空蒸发镀膜的黑金刚镜面银颜料制造方法。

[0005] 本发明的技术解决方案是所述黑金刚镜面银颜料,其特殊之处在于,所述黑金刚镜面银颜料由片状复合金属颗粒、分散剂和助剂组成;所述黑金刚镜面银颜料由如下重量百分比的配料组成:

[0006] 复合金属片颗粒10~15%,分散剂84~90%,助剂0~1.5%。

[0007] 作为优选:所述片状复合金属颗粒,是指由铝和镍复合而成的多层纳米膜片,其多层结构可选用“铝-镍-铝”或“铝-镍”或“镍-铝-镍”,其多层膜总厚度为8~20nm,粒径(d50)5~20 $\mu$ m,其质量组成是:铝60~100%,镍0~40%;所述分散剂是纯度大于99.5%的丙二醇甲醚、丙二醇甲醚醋酸酯、乙二醇单丁醚;所述助剂是防沉剂。

[0008] 本发明的另一技术解决方案是所述黑金刚镜面银颜料的制造方法,其特殊之处在于,包括以下工序:

[0009] (1)在塑料薄膜基材上涂布1~2 $\mu$ m厚度的树脂层,利用PVD方法依次将铝和镍沉积在树脂层表面形成纳米厚度的复合金属膜;

[0010] (2)用溶剂将树脂溶解,使复合金属膜从基材分离,得到由溶剂、树脂和复合金属片组成的混合液;

[0011] (3)再进行粉碎、过滤,加入助剂,用溶剂调节固含量,得到由溶剂、助剂和纳米厚度复合金属片组成的黑金刚镜面银颜料。

[0012] 作为优选:所述工序(1)的PVD方法,是指连续卷绕式真空溅射镀膜或连续卷绕式真空离子镀膜或连续卷绕式真空蒸发镀膜。

[0013] 作为优选:所述工序(1)进一步包括:将涂布了树脂层的PET薄膜置于连续卷绕磁控

溅射镀膜机中,采用一个高纯镍靶和两个高纯铝靶组合,按照铝-镍-铝的顺序排布,溅射操作主要条件:卷绕带速10m/min,低温泵真空度 $2.5 \times 10^{-1}$ Pa,分子泵真空度 $10^{-1}$ Pa,卷绕区真空度 $5.8 \times 10^{-1}$ Pa,镀膜区真空度 $1.2 \times 10^{-1}$ Pa,直流电流10A,放电工作气体为氩气,溅射镀膜形成光滑致密的“铝-镍-铝”复合金属层,厚度8~9nm。

[0014] 作为优选:所述工序(1)进一步包括:将涂布了树脂层的PET薄膜置于连续卷绕磁控溅射镀膜机中,采用两个高纯镍靶和四个高纯铝靶组合,按照镍-铝-铝-铝-铝-镍的顺序排布,溅射操作主要条件:卷绕带速15m/min,低温泵真空度 $2.5 \times 10^{-1}$ Pa,分子泵真空度 $10^{-1}$ Pa,卷绕区真空度 $5.8 \times 10^{-1}$ Pa,镀膜区真空度 $1.2 \times 10^{-1}$ Pa,直流电流10A,放电工作气体为氩气;溅射镀膜形成光滑致密的“镍-铝-镍”复合金属层,厚度10~12nm。

[0015] 作为优选:所述工序(3)进一步包括:将液固混合物用高速搅拌进行粉碎,再经过滤将树脂分离掉,得到的浆料加入丙二醇甲醚醋酸酯调整固含量,加入1%防沉剂,得墨绿色浆状流体的黑金刚镜面银颜料,复合金属含量15%,溶剂丙二醇甲醚醋酸酯84%,防沉剂1%,颗粒片厚度8~9nm,粒径(d50)5~6 $\mu$ m。

[0016] 作为优选:所述工序(3)进一步包括:将液固混合物用高速搅拌进行粉碎,再过滤将树脂分离掉,将片状合金浆料、硬脂酸、丙二醇甲醚按质量比10:1:89混合,在转速50转/分钟和60 $^{\circ}$ C下反应5小时,使硬脂酸吸附在镭射片状复合金属表面上,加入1%防沉剂,制得墨绿色浆状流体的黑金刚镜面银浆;所述黑金刚镜面银浆的颗粒片厚度10~12nm,粒径(d50)9~10 $\mu$ m,浆料复合金属含量10%,溶剂丙二醇甲醚89%,防沉剂1%。

[0017] 作为优选:工序(1)中所述的塑料薄膜是聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)或聚丙烯(PP)。

[0018] 与现有技术相比,本发明的有益效果:

[0019] (1)本发明黑金刚镜面银颜料,采用铝和镍复合金属材料所制成的纳米复合金属片,具有与纯铝不同的对不同波长光的吸收和反射率,从而可以通过调整铝与镍的配比,实现黑金刚颜色深浅的变化。

[0020] (2)本发明黑金刚镜面银颜料,可以精确控制复合金属膜片的厚度,从而控制光的吸收和反射率,在一定程度上能够调节黑金刚颜色。

[0021] (3)本发明黑金刚镜面银颜料,由于采用了铝镍复合,其耐水性能比现有镜面银有所增强。

[0022] (4)本发明制备的黑金刚镜面银颜料,其复合金属片状颗粒厚度均匀,表面光滑,厚度8~20nm,粒径(d50)5~20 $\mu$ m;其表面和边缘光的散射和漫反射不严重,从而确保了其像现有镜面银一样的亮度、金属感和镜面效果。

[0023] (5)本发明制备的黑金刚镜面银颜料,外观为墨绿色浆状流体,储存稳定,不沉降。

## 具体实施方式

[0024] 本发明下面将结合实施例作进一步详述:

[0025] [实施例1]

[0026] 该黑金刚镜面银颜料,外观墨绿色浆状流体,由片状复合金属颗粒、分散剂和助剂组成;所述黑金刚镜面银颜料由如下重量百分比的配料组成:

[0027] 复合金属片颗粒15%,分散剂84%,助剂1%。

[0028] 本实施例中,所述复合金属片颗粒,其多层结构为“铝-镍-铝”型,其总厚度8~9nm,粒径(d50)5~6 $\mu\text{m}$ ;所述分散剂是丙二醇甲醚醋酸酯;所述助剂是防沉剂。

[0029] 该黑金刚镜面银颜料的制备方法:

[0030] (1)将厚度为16 $\mu\text{m}$ 的PET薄膜在涂布机上涂布一层厚度1~2 $\mu\text{m}$ 的透明树脂层;

[0031] (2)将涂布了树脂层的PET薄膜置于连续卷绕磁控溅射镀膜机中,采用一个高纯镍靶和两个高纯铝靶组合,按照铝-镍-铝的顺序排布,溅射操作主要条件:卷绕带速10m/min,低温泵真空度 $2.5 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ,分子泵真空度 $10^{-1}\text{Pa}$ ,卷绕区真空度 $5.8 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ,镀膜区真空度 $1.2 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ,直流电流10A,放电工作气体为氩气。溅射镀膜形成光滑致密的“铝-镍-铝”复合金属层,厚度8~9nm;

[0032] (3)将PET复合金属膜置于丙二醇甲醚醋酸酯中浸泡,使树脂层溶解,金属层从膜上脱离,得到含有复合金属片、树脂和丙二醇甲醚醋酸酯的液固混合物;

[0033] (4)将液固混合物用高速搅拌进行粉碎,再经过滤将树脂分离掉,得到的浆料加入丙二醇甲醚醋酸酯调整固含量,加入1%防沉剂,制得本实施例1的黑金刚镜面银颜料。

[0034] [实施例2]

[0035] 该黑金刚镜面银颜料,外观墨绿色浆状流体,由片状复合金属颗粒、分散剂和助剂组成;所述黑金刚镜面银颜料由如下重量百分比的配料组成:

[0036] 复合金属片颗粒10%,分散剂89%,助剂1%。

[0037] 本实施例中,所述复合金属片颗粒,其多层结构为“镍-铝-镍”型,其总厚度10~12nm,粒径(d50)9~10 $\mu\text{m}$ ;所述分散剂是丙二醇甲醚;所述助剂是防沉剂。

[0038] 该黑金刚镜面银颜料的制备方法:

[0039] (1)将厚度为12 $\mu\text{m}$ 的PET薄膜在涂布机上涂布一层厚度1~2 $\mu\text{m}$ 的透明树脂层;

[0040] (2)将涂布了树脂层的PET薄膜置于连续卷绕磁控溅射镀膜机中,采用两个高纯镍靶和四个高纯铝靶组合,按照镍-铝-铝-铝-铝-镍的顺序排布,溅射操作主要条件:卷绕带速15m/min,低温泵真空度 $2.5 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ,分子泵真空度 $10^{-1}\text{Pa}$ ,卷绕区真空度 $5.8 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ,镀膜区真空度 $1.2 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ,直流电流10A,放电工作气体为氩气,溅射镀膜形成光滑致密的“镍-铝-镍”复合金属层,厚度10~12nm;

[0041] (3)将PET复合金属膜置于丙二醇甲醚中浸泡,使树脂层溶解,金属层从膜上脱离,得到含有复合金属片、树脂和丙二醇甲醚的液固混合物;

[0042] (4)将液固混合物用高速搅拌进行粉碎,再过滤将树脂分离掉,将片状合金浆料、硬脂酸、丙二醇甲醚按质量比10:1:89混合,在转速50转/分钟和60 $^{\circ}\text{C}$ 下反应5小时,使硬脂酸吸附在镭射片状复合金属表面上,加入1%防沉剂,制得本实施例2黑金刚镜面银浆。

[0043] 【应用实施例】

[0044] 取实施例1制得的黑金刚镜面银浆45克,专用镜面树脂(已经用溶剂调配好)45克,一起混合均匀,根据需要加入不超过5克的丙二醇甲醚将油墨调配到合适的粘度,用420目丝网将配制好的油墨印刷到玻璃手机背板上,表干后120 $^{\circ}\text{C}$ 烘烤30min,取出后作性能检测结果如下:

[0045] 镜面效果:在标准光源箱内目视观察,为黑金刚色有金属光泽的镜面,对镜可清晰辨识眉毛和细微处,镜面效果良好。

[0046] 遮蔽性:在标准光源箱内对光观察,油墨印刷层厚薄均匀,遮光性良好。

[0047] 水煮试验:将上述玻璃板放入水中,煮沸30min,取出干后观察,镜面清晰度略微下降,合格。

[0048] 百格试验:3M胶带法,合格。

[0049] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,凡依本发明权利要求范围所做的均等变化与修饰,皆应属本发明权利要求的涵盖范围。