



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110981191 A

(43)申请公布日 2020.04.10

(21)申请号 202010014286.4

(22)申请日 2020.01.07

(71)申请人 山东理工大学

地址 255086 山东省淄博市高新技术开发
区高创园A座313室

(72)发明人 于方永 王宜尚 解玉姣 韩婷婷
解子恒

(51)Int.Cl.

C03C 3/095(2006.01)

C03B 19/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法

(57)摘要

本发明公布了一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法,本发明目的是优化现有水晶玻璃的组成,提供一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法。本发明是在原有生产工艺的基础上,通过掺杂金属氧化物,对水晶玻璃的折射率、密度和化学稳定性进行优化提高。本发明制备过程:配料、混料、熔炼、成型、退火。本发明所掺杂的氧化钛可以提高水晶玻璃的密度、折射率和化学稳定性。

1. 一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法,其特征在于包含以下按质量百分数计的基本组分:SiO₂ 60~70%、Na₂O 5~8%、K₂O 2~5%、CaO 3~5%、ZnO 5~10%、BaO 2~8%、Al₂O₃ 1~3%、La₂O₃ 2~5%;掺杂的氧化钛按质量百分数计为5%、10%、15%。

2. 根据权利要求1所述的SiO₂,其特征在于粒度大小约为250目。

3. 根据权利要求1所述的一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 配料、混料:将以下组分按质量百分数计进行配料, SiO₂ 60~70%、Na₂O 5~8%、K₂O 2~5%、CaO 3~5%、ZnO 5~10%、BaO 2~8%、Al₂O₃ 1~3%、La₂O₃ 2~5%;掺杂的氧化钛按质量百分数计为5%、10%、15%;配料后采用湿法球磨混合;混合料烘干粉碎;

(2) 熔炼:将步骤(1)所得混合粉体在1500°C进行熔炼,直至溶体澄清匀化,得到玻璃熔融液;

(3) 成型:将步骤(2)所得玻璃熔融液倒入已预热到520°C的模具中成型;

(4) 退火:将步骤(3)成型后的玻璃移至已经加热到520°C的退火炉中退火,保温2小时,然后自然冷却至室温;

(5) 将步骤(4)所得玻璃进行打磨、清洗、烘干,得到本发明的氧化钛基无铅水晶玻璃。

4. 根据权利要求3所述的一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法,其特征在于步骤(1)中所述的湿法球磨混合,按照质量比分别称取玻璃组分,采用无水乙醇为介质,以250 rpm/min的转速球磨8小时。

5. 根据权利要求3所述的一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法,其特征在于步骤(2)中所述的熔炼控温程序为:20°C到400°C升温速率2°C/min,400°C到1200°C升温速率5°C/min,1200°C到1500°C升温速率1°C/min并保温2小时。

6. 根据权利要求3所述的一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法,其特征在于步骤(3)中所述模具为石墨模具。

一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及无铅水晶玻璃,具体涉一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法。

背景技术

[0002] 传统的水晶玻璃主要是含铅水晶玻璃,其具有优异的化学稳定性、较高的机械可靠性和较低的玻璃化转变温度等突出优点,现已广泛应用于制造玻璃珠宝产品、高档餐具、酒具和装饰材料等,展现出了巨大的发展前景。但是,随着科技发展和环保意识的增强,含铅水晶玻璃中铅溶出等问题引起了人们的广泛关注。考虑到人类的身体健康,大力发展无铅水晶玻璃迫在眉睫。

[0003] 无铅水晶玻璃是用一种或多种氧化物的混合成分来替代氧化铅成分,通过玻璃中各组分之间的混合效应来调节物化性能,实现与含铅水晶玻璃相近的功能。作为一种环保玻璃,无铅水晶玻璃从根本上解决了含铅水晶玻璃使用过程中的铅溶出难题。但是,与含铅水晶玻璃相比,无铅水晶玻璃的密度、折射率和化学稳定性等理化性能仍然较低,制约了无铅水晶玻璃的发展。因此,选取合适的氧化物取代氧化铅是制备无铅水晶玻璃的关键。本发明所掺加的氧化钛是一种无毒害的高折射率和高密度氧化物,与氧化铅的理化性质非常相似,而且具有更好的化学稳定性。

[0004] 基于以上原因,本发明设计了一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法。

发明内容

[0005] 本发明的目的是为了解决传统铅质水晶玻璃中高铅含量的问题,本发明提供一种氧化钛基无铅水晶玻璃及其制备方法,制备的无铅水晶玻璃具有高折射率、高密度、化学稳定性好等优点。

[0006] (1) 配料、混料:将以下组分按质量百分数计进行配料, SiO_2 60~70%、 Na_2O 5~8%、 K_2O 2~5%、 CaO 3~5%、 ZnO 5~10%、 BaO 2~8%、 Al_2O_3 1~3%、 La_2O_3 2~5%;掺杂的氧化钛按质量百分数计为5%、10%、15%;配料后采用湿法球磨混合;混合料烘干粉碎;

(2) 熔炼:将步骤(1)所得混合粉体在 1500°C 进行熔炼,直至溶体澄清匀化,得到玻璃熔融液;

(3) 成型:将步骤(2)所得玻璃熔融液倒入已预热到 520°C 的模具中成型;

(4) 退火:将步骤(3)成型后的玻璃移至已经加热到 520°C 的退火炉中退火,保温2小时,然后自然冷却至室温;

(5) 将步骤(4)所得玻璃进行打磨、清洗、烘干,得到本发明的氧化钛基无铅水晶玻璃。

[0007] 本发明可以得到高折射率、高密度和化学稳定性好的无铅水晶玻璃。

具体实施方式

[0008] 实例1:

(1) 配料、混料:将以下组分按质量百分数计进行配料, SiO_2 ~60%、 Na_2O ~5%、 K_2O ~5%、

CaO ~6%、ZnO ~10%、BaO ~8%、Al₂O₃ ~3%、La₂O₃ ~3%、TiO₂~5%；配料后采用无水乙醇为球磨介质，以250 rpm/min的转速球磨混合8小时；混合料烘干粉碎；

(2) 熔炼：将步骤(1)所得混合粉体进行熔炼，熔炼控温程序为20°C到400°C升温速率2°C/min，400°C到1200°C升温速率5°C/min，1200°C到1500°C升温速率1°C/min并保温2小时，直至溶体澄清匀化，得到玻璃熔融液；

(3) 成型：将步骤(2)所得玻璃熔融液倒入已预热到520°C的模具中成型；

(4) 退火：将步骤(3)成型后的玻璃移至已经加热到520°C的退火炉中退火，保温2小时，然后自然冷却至室温；

(5) 将步骤(4)所得玻璃进行打磨、清洗、烘干，得到本发明的氧化钛基无铅水晶玻璃。

[0009] 本发明可以得到高折射率、高密度和化学稳定性好的无铅水晶玻璃。

[0010] 实例2：

(1) 配料、混料：将以下组分按质量百分数计进行配料，SiO₂ ~60%、Na₂O ~5%、K₂O ~5%、CaO ~6%、ZnO ~10%、BaO ~8%、Al₂O₃ ~3%、La₂O₃ ~3%、TiO₂~10%；配料后采用无水乙醇为球磨介质，以250 rpm/min的转速球磨混合8小时；混合料烘干粉碎；

(2) 熔炼：将步骤(1)所得混合粉体进行熔炼，熔炼控温程序为20°C到400°C升温速率2°C/min，400°C到1200°C升温速率5°C/min，1200°C到1500°C升温速率1°C/min并保温2小时，直至溶体澄清匀化，得到玻璃熔融液；

(3) 成型：将步骤(2)所得玻璃熔融液倒入已预热到520°C的模具中成型；

(4) 退火：将步骤(3)成型后的玻璃移至已经加热到520°C的退火炉中退火，保温2小时，然后自然冷却至室温；

(5) 将步骤(4)所得玻璃进行打磨、清洗、烘干，得到本发明的氧化钛基无铅水晶玻璃。

[0011] 本发明可以得到高折射率、高密度和化学稳定性好的无铅水晶玻璃。

[0012] 实例3：

(1) 配料、混料：将以下组分按质量百分数计进行配料，SiO₂ ~60%、Na₂O ~5%、K₂O ~5%、CaO ~6%、ZnO ~10%、BaO ~8%、Al₂O₃ ~3%、La₂O₃ ~3%、TiO₂~15%；配料后采用无水乙醇为球磨介质，以250 rpm/min的转速球磨混合8小时；混合料烘干粉碎；

(2) 熔炼：将步骤(1)所得混合粉体进行熔炼，熔炼控温程序为20°C到400°C升温速率2°C/min，400°C到1200°C升温速率5°C/min，1200°C到1500°C升温速率1°C/min并保温2小时，直至溶体澄清匀化，得到玻璃熔融液；(3) 成型：将步骤(2)所得玻璃熔融液倒入已预热到520°C的模具中成型；

(4) 退火：将步骤(3)成型后的玻璃移至已经加热到520°C的退火炉中退火，保温2小时，然后自然冷却至室温；

(5) 将步骤(4)所得玻璃进行打磨、清洗、烘干，得到本发明的氧化钛基无铅水晶玻璃。

[0013] 本发明可以得到高折射率、高密度和化学稳定性好的无铅水晶玻璃。

[0014] 本发明制备的无铅水晶玻璃性能测试结果如表1所示。

[0015] 表1

测试项目	密度 (g/cm^3)	折射率	化学稳定性 (腐蚀速率)		
			C_{water} ($10^{-8}\text{g/mm}^2 \cdot \text{min}$)	C_{HCl} ($10^{-7}\text{g/mm}^2 \cdot \text{min}$)	C_{NaOH} ($10^{-7}\text{g/mm}^2 \cdot \text{min}$)
实例 1	2.9343	1.5121	1.23	2.75	4.48
实例 2	2.9852	1.5434	1.19	2.45	4.24
实例 3	3.1086	1.5758	1.12	2.21	3.98