



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2004109826/03, 01.04.2004

(24) Дата начала действия патента: 01.04.2004

(43) Дата публикации заявки: 10.10.2005

(45) Опубликовано: 20.02.2006 Бюл. № 5

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: ПИЩ И. В. и др. Синтез пигментов методом соосаждения. Стекло и керамика, 1992, № 3, с. 22-23.
SU 197052 A, 10.07.1967.
RU 2121463 C1, 10.11.1998.
SU 1629262 A1, 27.12.1988.
JP 57206351 A, 17.12.1982.
US 5106419 A, 21.04.1992.

Адрес для переписки:

119361, Москва, ул. Озерная, 48, ИПК РАН

(72) Автор(ы):

Есин Александр Викторович (RU),
Овсянников Николай Адамович (RU),
Падалко Анатолий Георгиевич (RU),
Чернявский Андрей Станиславович (RU)

(73) Патентообладатель(ли):

Институт физико-химических проблем
керамических материалов Российской
академии наук (ИПК РАН) (RU)

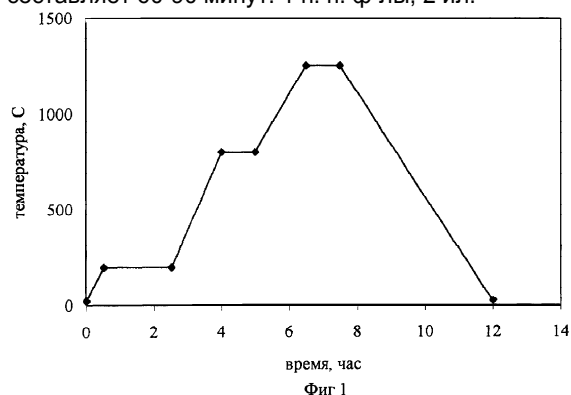
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПИГМЕНТОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМОАММИАЧНЫХ КВАСЦОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к керамической промышленности, в частности к производству термостойких пигментов для декорирования фаянсовых и фарфоровых изделий. Цель изобретения - получение чистых пигментов, т. е. без посторонних примесей, при повышении выхода доли годного продукта, а также существенного упрощения технологического процесса при возрастании экономической эффективности. В качестве исходных компонентов используются алюмоаммиачные квасцы

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ и соли переходных металлов Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, или соли металлов, проявляющих свойства хромофоров, в частности элементы ряда лантаноидов. Смесь, состоящую из сухих алюмоаммиачных квасцов и одной из растворимых солей металла - хромофора, помещают в корундовый тигель и нагревают до температуры 200°C и выдерживают при этой температуре 120 мин до выделения

кристаллизационной воды из квасцов. Затем продолжают нагрев до упаривания раствора и разложения солей металлов до чистых оксидов и выдерживают при температуре 800°C 60 мин. После чего нагревают до температуры окончательного синтеза пигмента - 1250 до 1500 °C. Время выдержки при этой температуре составляет 60-90 минут. 1 н. п. ф-лы, 2 ил.





FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

C03C 1/04 (2006.01)*C09C 1/00* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2004109826/03, 01.04.2004**(24) Effective date for property rights: **01.04.2004**(43) Application published: **10.10.2005**(45) Date of publication: **20.02.2006 Bull. 5**

Mail address:

119361, Moskva, ul. Ozernaja, 48, IPK RAN

(72) Inventor(s):

**Esin Aleksandr Viktorovich (RU),
Ovsjannikov Nikolaj Adamovich (RU),
Padalko Anatolij Georgievich (RU),
Chernjavskij Andrej Stanislavovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Institut fiziko-khimicheskikh problem
keramicheskikh materialov Rossijskoj
akademii nauk (IPK RAN) (RU)**

(54) METHOD FOR PRODUCTION OF AMMONIUM ALUM-BASED PIGMENTS

(57) Abstract:

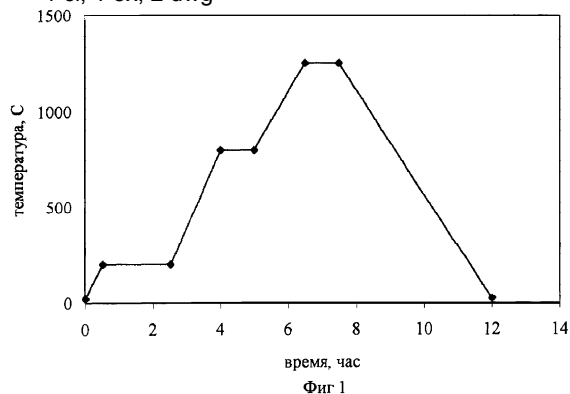
FIELD: ceramic industry, in particular production of heat resistant pigments for decoration of faience and porcelain ware.

SUBSTANCE: claimed method includes application of ammonium alum $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ and transition metal Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni salts or salts of metals with chromophore properties (e.g., lanthanides) as starting components. Mixture containing dehydrated ammonium alum and one dissoluble chromophore metal salt is placed in corundum crucible, heated to 200°C and hold at the said temperature for 120 min to release crystalline water from alum. Then solution is heated and boiled, metals is decomposed to pure oxides and conditioned at 800°C for 60 min. After that product is heated up to final synthesis

temperature, namely o 1250-1500°C and hold at this temperature for 60-90 min.

EFFECT: pigments of improved purity; simplified and economical method with increased yield.

1 cl, 1 ex, 2 dwg



Изобретение относится к керамической промышленности, в частности к производству термостойких пигментов для декорирования фарфоровых и фаянсовых изделий.

Известен ряд традиционных способов получения керамических пигментов, в которых основным компонентом служит оксид алюминия Al_2O_3 . Источником Al_2O_3 могут служить глинозем, каолин, пегматит, полевые шпаты и другие алюмосиликаты. Основным требованием к исходным для получения пигментов материалам является высокая степень чистоты [1, 2, 3].

Известен способ [4] получения пигментов по традиционной технологии, включающей операции:

- приготовление шихты совместным помолом компонентов в шаровых мельницах;
- сушка шихты до определенной влажности;
- протирка шихты через сита;
- обжиг пигментов;
- мокрый помол пигментов в шаровых мельницах;
- сушка пигментов.

Недостатком этого способа является то, что в процессе обработки компонентов в шаровых мельницах и прочем технологическом оборудовании вносятся посторонние примеси, загрязняющие основной продукт, а также использование в качестве сырья веществ, которые, как правило, не отвечают требованиям чистоты. К недостаткам также следует отнести длительность процесса, большое количество переделов, высокую энерго- и металлоемкость.

Наиболее близким к предлагаемому изобретению является получение пигментов способом соосаждения, [5], включающим операции:

- приготовление растворов солей металлов определенной концентрации, служащих в качестве компонентов пигмента;
- осаждение гидроксидов из раствора щелочами;
- вакуумное фильтрование;
- сушка полученной смеси;
- обжиг пигментов;
- помол пигмента до определенного гранулометрического состава.

Недостатком этого способа является низкая экономическая эффективность в результате больших необратимых потерь массы пигмента (до 42%) [5].

Заявленное изобретение направлено на устранение указанных недостатков.

Предпосылкой изобретения является проблема создания стойких неорганических пигментов для отражающих эталонных мер единиц координат цвета несамосветящихся объектов.

В основу настоящего изобретения положено решение задачи получения чистых пигментов, т.е. без посторонних примесей, с резким повышением выхода доли годного продукта, а также существенного упрощения технологического процесса с соответствующим возрастанием экономической эффективности.

Поставленная задача предлагаемого изобретения достигается тем, что в способе согласно изобретению используемые в качестве источника Al_2O_3 , алюмоаммиачные квасцы $Al_2(SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O$, смешиваются с одной из растворимых в воде солей металла из ряда Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Pr, смесь помещают в печь в корундовом тигле и нагревают до температуры синтеза пигмента в зависимости от выбранного металла и выдерживают при этой температуре в течение времени, необходимого для получения пигмента. Нагревание осуществляется ступенчато: сначала до температуры 200°C до отделения кристаллизационной воды из алюмоаммиачных квасцов и растворения в ней соли металла, затем выдерживают при этой температуре в течение 120 минут, после чего продолжают нагрев до упаривания раствора и разложения солей металлов (алюминия и одного из хромофоров - Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Pr) до чистых оксидов и выдерживают при температуре 800°C 60 минут; далее в том же корундовом тигле нагревают смесь до температур 1250-1500°C, охлаждают печь и выгружают готовый продукт.

Согласно изобретению смесь помещают и получают конечный продукт в одном и том же тигле.

Кроме того, материал тигля, в котором проходит синтез, выбирается по признаку идентичности химического состава с основным компонентом пигмента, что исключает

5 возможность загрязнения посторонними примесями основного продукта.

Проведенный заявителем анализ уровня техники, включающий поиск по патентным и научно-техническим источникам информации и выявление источников, содержащих сведения об аналоге, позволил установить, что заявитель не обнаружил аналоги, характеризующиеся признаками, тождественными всем существенным признакам

10 заявляемого способа, следовательно, заявляемый способ соответствует критериям "новизна" и "изобретательский уровень".

Сущность изобретения состоит в том, что используется свойство алюмоаммиачных квасцов при нагревании выделять кристаллизационную воду, в которой растворяются соли металлов-хромофоров. Процесс выделения воды и разложения солей протекает при

15 активном перемешивании реакционной смеси в результате выделения газов, и за счет этого происходит равномерное распределение компонентов по всему объему.

Сущность способа поясняется конкретным примером реализации изобретения со ссылками на прилагаемые чертежи, на которых изображено следующее:

на фиг.1 - температурный режим обработки пигмента;

20 на фиг.2 - спектральная кривая поглощения.

Пример

В корундовый тигель засыпают алюмоаммиачные квасцы $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ и азотно-кислый кобальт $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в отношении 10:1 из расчета на оксиды алюминия и кобальта. Навески компонентов не перемешивают. Тигель помещают в камерную печь и

25 нагревают по заданной программе: скорость подъема температуры 10 градусов в минуту, при температуре 200°C делают выдержку в течение 120 минут, затем с той же скоростью доводят температуру до 800°C и делают выдержку 60 минут. Окончательный обжиг проводят при температуре 1250°C в течение 60 минут. После охлаждения печи выгружают из тигля готовый пигмент. Время проведения процесса без учета охлаждения печи 8 часов (фиг.1).

Техническим результатом изобретения явилось получение тонкодисперсных порошков пигментов без применения традиционных способов предварительного смешивания компонентов и помола конечного продукта. Кроме того, пигменты отличаются чистым, ярким цветом, что подтверждается характером спектральных кривых поглощения,

35 имеющих четко выраженный максимум и круто падающие склоны (фиг.2).

Способ имеет весьма простую технологию.

По мнению заявителя, изобретение соответствует критерию "промышленная применимость". Критерий "промышленная применимость" подтверждается актуальностью

40 способа и его практической привязкой к производственным технологиям. В приведенном выше описании настоящего изобретения был раскрыт конкретный пример его осуществления. Однако очевидно, что могут быть реализованы различные его варианты и видоизменения без отхода от сущности и объема патентных притязаний изобретения.

Источники информации

- 45 1. Визир В.А., Мартынов М.А. Керамические краски - Киев: Техника. 1964. - 256 с.
 2. Беленький Е.Ф., Рискин И.В. Химия и технология пигментов. - Л.: Химия. 1974.
 3. Туманов С.Г. Синтез керамических красок. Физико-химические основы керамики. - М.: Промстройиздат. 1956. - С 273-292.
 4. Процессы керамического производства под ред. У.Д.Кингери. - М.: Издательство
 50 иностранной литературы. -1969. - Ч.1У. 22 с.
 5. Пищ И.В., Залевская Т.Л., Путилина Е.Н. Синтез пигментов методом соосаждения. Стекло и керамика. №3.

Формула изобретения

Способ получения пигментов на основе алюмоаммиачных квасцов, включающий смешивание сухих квасцов и соединения металла - хромофора, ступенчатый нагрев с промежуточной выдержкой и последующим нагревом до температуры окончательного синтеза пигмента в зависимости от выбранного металла с выдержкой и последующим охлаждением, отличающийся тем, что в качестве хромофора используют водорастворимую соль металла из ряда Ti, V, Cr, Mn, Co, Ni, Pr, квасцы и хромофор помещают в печь в корундовом тигле, выдержку осуществляют при температуре 200°C в течение 120 мин до выделения кристаллизационной воды из квасцов, затем продолжают нагрев до упаривания раствора и разложения солей металлов до чистых оксидов и выдерживают при температуре 800°C в течение 60 мин, после чего нагревают до температуры окончательного синтеза пигмента 1250-1500°C.

15

20

25

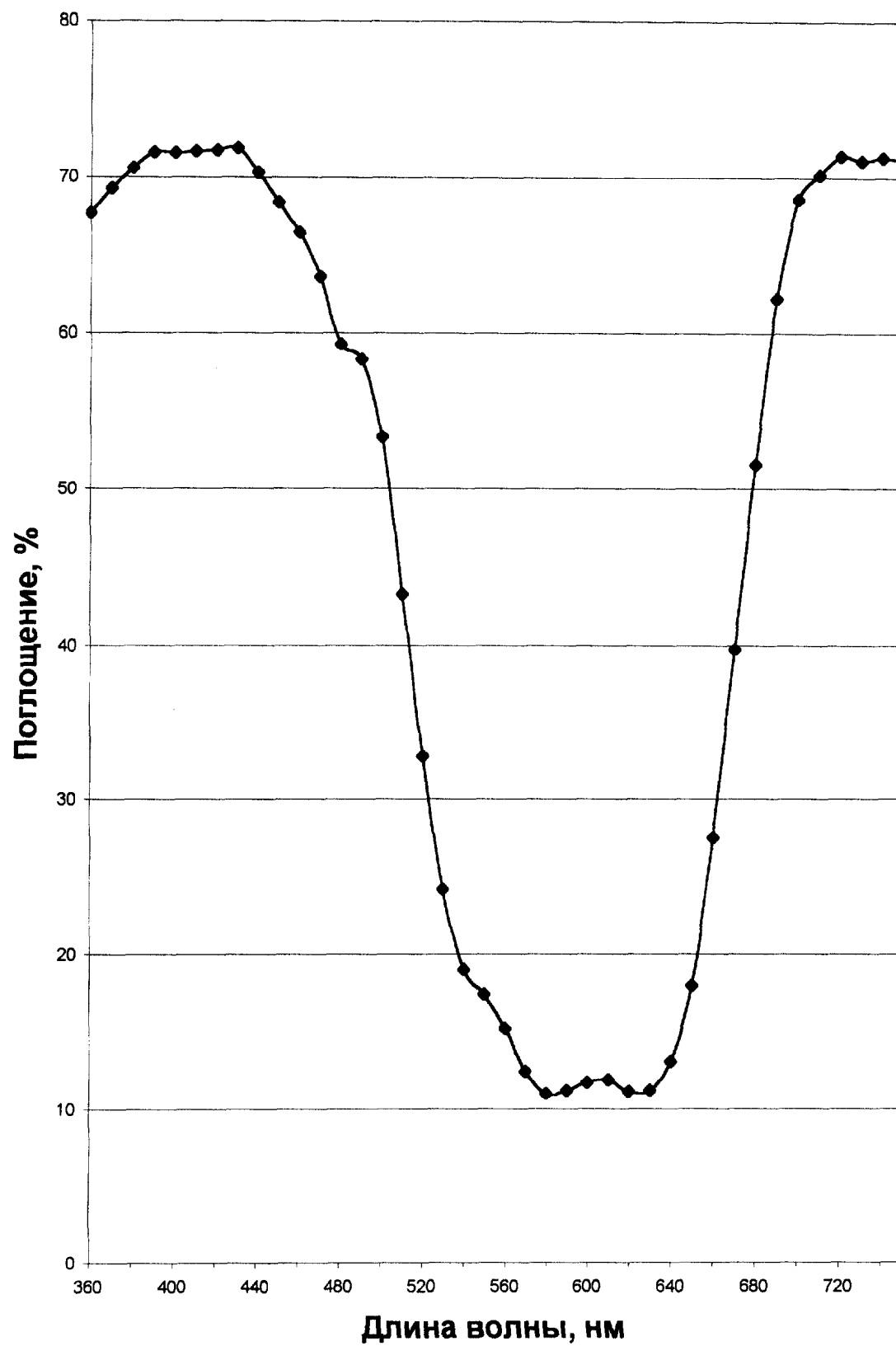
30

35

40

45

50



Фиг. 2