



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 162 456** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁷ **C 04 B 35/14, C 01 B 33/113**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ**

(21), (22) Заявка: 2000106541/03, 17.03.2000

(24) Дата начала действия патента: 17.03.2000

(46) Дата публикации: 27.01.2001

(56) Ссылки: RU 2051864 C1, 10.01.1996. US 3497367, A, 24.02.1970. БАЛИЦКИЙ В.С. и др. Синтетические аналоги и имитации природных драгоценных камней. - М.: Недра, 1981, с. 111 - 116.

(98) Адрес для переписки:
111250, Москва, ул. Авиамоторная 53, ЗАО "Патентный Поверенный", Андрущак Г.Н.

(71) Заявитель:
Общество с ограниченной ответственностью "Агентство маркетинга научных разработок"

(72) Изобретатель: Самойлович М.И., Самойлович С.М.

(73) Патентообладатель:
Общество с ограниченной ответственностью "Агентство маркетинга научных разработок"

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СИНТЕТИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА СО СТРУКТУРОЙ БЛАГОРОДНОГО ОПАЛА

(57) Реферат:

Изобретение относится к промышленности синтеза минерального сырья и может быть использовано для получения синтетического материала со структурой благородного опала, в частности при последующей обработке аналога природного благородного опала, используемого, например, в ювелирной промышленности. Сущность изобретения: синтетический материал со структурой благородного опала получают приготовлением монодисперсной суспензии с глобулами аморфного кремнезема размером 140-600 нм. Затем послойно осаждают осадок.

Полученный осадок сушат сначала при 100-150°C в течение 10-30 ч, а затем при дополнительно пониженном давлении 1-10 Па. После сушки осадок подвергают пневматолитовому отжигу при 15-45 МПа и 350-400°C в присутствии паров воды и тетраэтоксисилана, затем пропитывают кремнеземом и термообработывают при 400-600°C в течение 1-2 ч. Техническая задача изобретения - получение синтетического материала со структурой благородного опала, максимально приближающегося по своим ювелирным характеристикам к природному опалу.

RU 2 162 456 C1

RU 2 162 456 C1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 162 456** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁷ **C 04 B 35/14, C 01 B 33/113**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 2000106541/03, 17.03.2000
(24) Effective date for property rights: 17.03.2000
(46) Date of publication: 27.01.2001
(98) Mail address:
111250, Moskva, ul. Aviamotornaja 53, ZAO
"Patentnyj Poverennyj", Andrushchak G.N.

(71) Applicant:
Obshchestvo s ogranichennoj
otvetstvennost'ju "Agentstvo marketinga
nauchnykh razrabotok"
(72) Inventor: Samojlovich M.I.,
Samojlovich S.M.
(73) Proprietor:
Obshchestvo s ogranichennoj
otvetstvennost'ju "Agentstvo marketinga
nauchnykh razrabotok"

(54) **METHOD OF PREPARING SYNTHETIC MATERIAL WITH NOBLE OPAL STRUCTURE**

(57) Abstract:
FIELD: jewelry. SUBSTANCE: monodisperse suspension with amorphous silica of 140 to 600 nm in particle size is first prepared and then subjected to layer precipitation. Precipitate is dried first at 100-150 C for 10 to 30 h and then at reduced pressure (1-10 Pa). Dry precipitate is subjected to

pneumatolytic annealing at 350-400 C and pressure 15-45 MPa in presence of water and tetraethoxysilane vapors, impregnated with silica sol, and thermally treated at 400-600 C for 1-2 h. EFFECT: achieved structure of noble opal approaching to a greatest degree to natural opal regarding its jewelry characteristics. 2 ex

RU 2 162 456 C 1

RU 2 162 456 C 1

Изобретение относится к промышленности синтеза минерального сырья и может быть использовано для получения синтетического материала со структурой благородного опала - в частности, при последующей обработке аналога природного благородного опала, используемого, например, в ювелирной промышленности.

Природный благородный опал является одним из самых дорогих и красивых камней. По химическому составу - это водосодержащий оксид кремния глобулярного строения. Глобулы кремнезема имеют размер 150-450 нм. Показатель преломления природного опала 1,41-1,46, микротвердость - 4,5-6,0 ед. по шкале Мооса. Благородный опал отличается радужной игрой цветов (иризацией), причиной которой является дифракция света на пространственной решетке, образованной регулярно расположенными одноразмерными глобулами аморфного кремнезема, пространство между которыми частично или полностью заполнено стекловидным кремнеземом, показатель преломления которого незначительно отличается от показателя преломления самих глобул.

Цвет иризации определяется диаметром глобул: при 150-200 нм - фиолетовый, до 400 нм - зеленый, свыше - красный, а интенсивность игры цвета зависит от степени упорядоченности структуры, состава и структуры вещества, заполняющего пространство между глобулами.

Известен способ получения благородного опала путем приготовления монодисперсной суспензии, содержащей глобулы с размерами 150-450 нм, улаковывания частиц центрифугированием или седиментацией в упорядоченную структуру, дегидратации осадка на воздухе сначала при 100°C, а затем при 400-900°C (US N 3497367, кл. С 04 В 35/14, 1970).

Наиболее близким к предложенному изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ получения синтетического опала, включающий приготовление суспензии из сферических гранул аморфного кремнезема, послойное осаждение осадка с образованием каждого последующего слоя из суспензии, содержащей глобулы, отличающихся от предыдущих по размеру на 10-15%, сушку при 100-150°C в течение 10-30 ч, пневматолитовый отжиг в присутствии паров воды при 350-400°C в течение 2-10 ч, пропитку осадка кремнеземом и термообработку при 400-600°C в течение 1-2 ч (RU N 2051864, кл. С 01 В 33/113, 1996).

Недостатком известных способов является то, что полученный указанными способами опал не имеет достаточной монодисперсности сфер кремнезема, однородности, прозрачности и микротвердости, что делает такой опал достаточно отличающимся от природного опала.

Технической задачей изобретения является получение синтетического материала со структурой благородного опала, максимально приближающегося по ювелирным характеристикам к природному опалу.

Поставленная техническая задача достигается тем, что в способе получения синтетического благородного опала,

включающего приготовление монодисперсной суспензии, содержащей сферические глобулы аморфного кремнезема, послойное осаждение осадка, сушку при 100-150°C в течение 10-30 ч, пневматолитовый отжиг в присутствии паров воды в течение 2-10 ч при 350-400°C, пропитку осадка кремнеземом, термообработку при 400-600°C в течение 1-2 ч, готовят суспензию с глобулами аморфного кремнезема размером 140-600 нм, перед отжигом осуществляют дополнительную сушку осадка при пониженном давлении 1-10 Па, а отжиг ведут при 15-45 МПа при дополнительном присутствии паров тетраэтоксисилана.

Ниже приведены конкретные примеры выполнения описываемого способа.

Пример 1. Готовят суспензию гидролизом тетраэтоксисилана (ТЭОС) в спиртоаммиачной среде. Для этого смешивают 100 мл C_2H_5OH с 2,2 мл 30%-ного водного раствора аммиака и 4 мл ТЭОС, смесь ставят на 30 мин на встряхиватель типа АБУ-6с, а затем оставляют на 1,5-2 ч в покое. Получают суспензию со сферическими глобулами аморфного кремнезема размером 300 нм, заливают ее в пробирку и центрифугируют в течение 1 ч. Гидролизат сливают, опаловидный мокрый осадок остается на дне пробирки. Затем в пробирку заливают новую порцию суспензии, в которой изменено соотношение компонентов: 100 мл C_2H_5OH , 2,5 мл 30%-ного NH_4OH и 4 мл ТЭОС (размер частиц 335 нм, т.е. на 12% больше, чем в первом случае), и снова центрифугируют для получения 2-го слоя опаловидного осадка. Аналогично осаждают 3 и 4 слои, при этом при тех же соотношениях ТЭОС и спирта берут соответственно - 3,0 и 3,5 мл аммиака. Размер частиц при этом будет 375 и 420 нм. Затем влажный осадок высушивают сначала при комнатной температуре, а затем сушат в термостате при 120°C в течение 20 ч. После последующего охлаждения до комнатной температуры образцы сушат при пониженном давлении 1,5 Па, после чего подвергают пневматолитовому отжигу в автоклаве при 40 МПа, 400°C в присутствии паров воды и ТЭОС в течение 5 ч. После охлаждения автоклава образцы вынимают для пропитки их кремнеземом. Полученные образцы имеют высокую однородность и монодисперсность сфер кремнезема. Микротвердость по шкале Мооса 5-6 ед., плотность 2 г/см³, полупрозрачные, микроструктура в виде полигональных глобул, упорядоченных в кубическую решетку.

Пример 2. Операции по получению опала те же, что и в примере 1, но дополнительную сушку ведут при давлении 9 Па, а размер глобул - 400 нм. Результат аналогичен примеру 1, но в результате формируется синтетический материал со структурой, свойственной природному благородному опалу: глобулы кремнезема прочно связаны между собой, имеют площади касания в виде сегментов.

По физическим и химическим характеристикам полученный синтетический материал со структурой благородного опала после пропитки идентичен природному опалу: химический состав - $SiO_2 \cdot n H_2O$, микротвердость 5-6 ед. по шкале Мооса, иризация блочная и включает два и более

Method of Preparing Synthetic Material with Noble Opal Structure

цветов видимого спектра, микроструктура (по данным электронной микроскопии) - плотнейшая гексагональная или кубическая упаковка, показатель преломления 1,43-1,45, плотность 2,0-2,1 г/см³.

Формула изобретения:

Способ получения синтетического материала со структурой благородного опала, включающий приготовление монодисперсной суспензии, содержащей сферические глобулы аморфного кремнезема, послойное осаждение осадка, сушку при 100 - 150°C в течение 10 -

30 ч, пневматолитовый отжиг в присутствии паров воды в течение 2 - 10 ч при 350 - 400 °С, пропитку осадка кремнеземом, термообработку при 400 - 600°C в течение 1 - 2 ч, отличающийся тем, что готовят суспензию с глобулами аморфного кремнезема размером 140 - 600 нм, перед отжигом осуществляют дополнительную сушку осадка при пониженном давлении 1 - 10 Па, а отжиг ведут при 15 - 45 МПа при дополнительном присутствии паров тетраэтоксисилана.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

4

RU 2 1 6 2 4 5 6 C 1

RU 2 1 6 2 4 5 6 C 1