



国家知识产权局

100086

北京市海淀区青云里满庭芳园小区 9 号楼青云当代大厦 18 层 1809 室
北京金智普华知识产权代理有限公司
于小秋 (010-62369573)

发文日:

2019 年 05 月 24 日



申请号或专利号: **201610222627.0**

发文序号: **2019051300514300**

申请人或专利权人: 南京泰祺瑞新材料科技有限公司

发明创造名称: 一种利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷及其制备方法

授予发明专利权通知书

1. 根据专利法第 39 条及实施细则第 54 条的规定, 上述发明专利申请经实质审查, 没有发现驳回理由, 现作出授予专利权的通知。

申请人收到本通知书后, 还应当依照办理登记手续通知书的内容办理登记手续。

申请人按期办理登记手续后, 国家知识产权局将作出授予专利权的决定, 颁发发明专利证书, 并予以登记和公告。

期满未办理登记手续的, 视为放弃取得专利权的权利。

2. 授予专利权的上述发明专利申请是以下列申请文件为基础的:

原始申请文件。 分案申请递交日提交的文件。 下列申请文件:

申请日提交的说明书附图、说明书摘要、说明书第 1-75 段、摘要附图;

2018 年 9 月 21 日提交的权利要求第 1-2 项

3. 授予专利权的上述发明专利申请的名称:

未变更。

由__变更为上述名称。

4. 申请人于__年__月__日提交专利号为__的“放弃专利权声明”, 经审查:

进入放弃专利权的程序。

未进入放弃专利权的程序。理由是: 申请人声明放弃的专利与本发明专利申请不属于相同的发明创造。

5. 审查员依职权对申请文件修改如下:

将权利要求 2 中的“根据权利要求 1 任一项所述”修改为“根据权利要求 1 所述”。

6. 在本通知书发出后收到的申请人主动修改的申请文件, 不予考虑。

审查员: 彭芳芳

审查部门: 专利审查协作北京中心材料工程
发明审查部

联系电话: 010-53962707

210413
2018.10

纸件申请, 回函请寄: 100088 北京市海淀区蓟门桥西土城路 6 号 国家知识产权局专利局受理处收
电子申请, 应当通过电子专利申请系统以电子文件形式提交相关文件。除另有规定外, 以纸件等其他形式提交的文件视为未提交。



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105884329 A

(43)申请公布日 2016.08.24

(21)申请号 201610222627.0

(22)申请日 2016.04.11

(71)申请人 南京泰祺瑞新材料科技有限公司
地址 210028 江苏省南京市栖霞区迈皋桥
创业园寅春路18号

(72)发明人 韩朋德 师红旗

(74)专利代理机构 北京金智普华知识产权代理
有限公司 11401
代理人 于小秋

(51)Int.Cl.

C04B 33/132(2006.01)

C04B 33/138(2006.01)

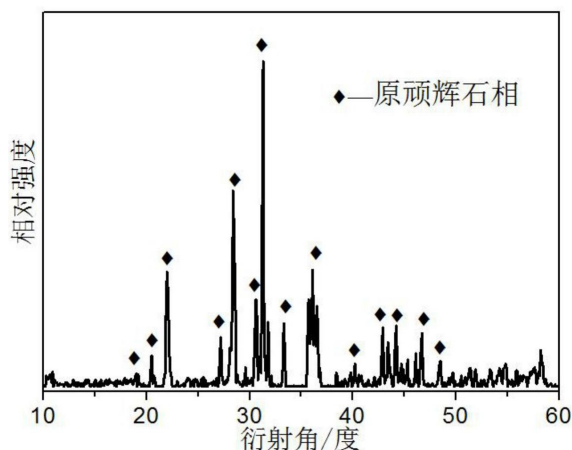
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷及其制备方法

(57)摘要

本发明提供了一种利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷及其制备方法,该发光陶瓷的原料组成为富镁冶金镍渣、氧化铝、二氧化硅和氧化铈。本发明提供的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷,经自然光或其他光源短时间照射后,在人眼可视亮度范围内,可以在黑暗中持续发光24小时;该发光陶瓷致密度较高,力学性能优异,抗压强度可达到68MPa,抗弯强度可达到150MPa。可应用于公共设施应急标志、家居装饰和建筑节能等领域。本发明提供的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷的制备方法,该方法对富镁冶金镍渣的利用率高达60wt%,陶瓷的烧制温度低至1150℃,不需要额外添加稀土发光材料,一次烧制成瓷,具有操作方便、镍渣利用率高等优点。



1. 一种利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷,其特征在于,以质量分数计,由以下组分组成:

富镁冶金镍渣	51-60
氧化铝	15-20
二氧化硅	20-34
氧化铈	0.5-2。

2. 根据权利要求1所述的一种利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷,其特征在于,所述的富镁冶金镍渣为金属镍和镍合金冶炼过程中排放的固体废渣,包括以质量百分数计的如下组份:Na₂O 2-3wt%、MgO 29-38wt%、Al₂O₃ 4-6wt%、SiO₂ 48-52wt%、CaO 1-2wt%和FeO 7-8wt%。

3. 根据权利要求1-2任一项所述的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

- (1)按照既定重量比例称取原料富镁冶金镍渣、氧化铝、二氧化硅和氧化铈,球磨混合;
- (2)球磨后,烘干;
- (3)加入粘结剂造粒,过筛;
- (4)压制成素坯;
- (5)在一定温度下烧结,降至室温后即可制得发光陶瓷材料。

4. 根据权利要求3所述的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷的制备方法,其特征在于,在步骤(1)中,所述球磨的转速为350-500转/分钟,球磨的时间为3-5小时。

5. 根据权利要求3所述的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷的制备方法,其特征在于,在步骤(3)中,所述粘结剂为聚乙烯醇水溶液,所述的聚乙烯醇水溶液的浓度为5-8wt%,聚乙烯醇水溶液的加入量为7-9wt%。

6. 根据权利要求3所述的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷的制备方法,其特征在于,在步骤(4)中,所述压制成素坯的成型压力为6-10MPa。

7. 根据权利要求3所述的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷的制备方法,其特征在于,在步骤(5)中,所述的烧结是以升温速率1.5-2℃/分钟升温到400-500℃,并保温1-2小时,然后以升温速率2-3℃/分钟升温到1150-1175℃,并保温2-4小时,烧结完成后以3-5℃/分钟的降温速率降至室温。

一种利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及无机非金属功能陶瓷材料领域,具体而言,涉及一种利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着社会和经济的发展,污染物质种类和数量不断增加,富镁冶金镍渣是一种冶金工业废渣,是指在镍金属冶炼过程中排放的一种工业废渣,其年产量大,利用率不高,逐年堆弃的废渣不仅占用土地,对渣场周围环境造成严重污染,同时又造成资源的浪费。我国的镍产量近几年增长迅速且镍渣产量巨大,2014年江苏沿海的主要港区大丰、响水、连云港等年产镍及其合金产量已达80万吨,同时产生镍渣1000万吨左右。传统的建筑瓷砖原料多为黏土、长石和石英等天然矿物,镍渣中的主要成分是CaO、SiO₂、Al₂O₃和MgO等,这些也是陶瓷的主要化学组成,因此,镍渣可以作为陶瓷制造的原料之一,目前利用富镁冶金镍渣制备陶瓷的报道还较少,尤其是发光陶瓷。

[0003] 发光陶瓷是在陶瓷生产工艺中加入了稀土发光材料,在受到日光或灯光照射后,夜间可持续发光的一种无机非金属功能陶瓷,在公共设施应急标志、家居装饰和建筑节能等领域具有广泛的应用。常用的发光陶瓷生产工艺有涂覆型和一次烧制成型两种,涂覆型发光陶瓷涂层容易脱落,化学稳定较差,而一次烧制成型的产品性能良好、具有市场竞争力;然而,由于陶瓷制品的烧制温度一般在1000℃以上,而稀土发光材料一般不能承受这么高温,因此常用的稀土发光材料均不能满足一次烧制成型的需要。而且,很多利用固体废弃物制备的陶瓷材料,力学强度不高,影响其应用。有鉴于此,特提出本发明。

发明内容

[0004] 本发明的第一目的在于提供一种用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷,以解决富镁冶金镍渣固废利用问题和发光陶瓷一次烧制成型技术中稀土发光材料耐高温性能不足的缺点,所述的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷,经自然光或其他光源短时间照射后,在人眼可视亮度范围内,可以在黑暗中持续发光24小时,具有致密度较高、力学性能优异、抗压强度可达到68MPa、抗弯强度可达到150MPa等优点。

[0005] 本发明的第二目的在于提供一种所述的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷的制备方法,该方法对富镁冶金镍渣的利用率高达60wt%,陶瓷的烧制温度低至1150℃,不需要额外添加稀土发光材料,一次烧制成瓷,具有操作方便、镍渣利用率高等优点。

[0006] 为实现本发明的上述目的,特采用以下技术方案:

[0007] 一种利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷,以质量百分比计,由以下组分组成:

[0008]	富镁冶金镍渣	51-60
	氧化铝	15-20

二氧化硅

20-34

[0009]

氧化铈

0.5-2

[0010] 发光陶瓷的组成,是在陶瓷材料中加入发光离子,然后经过一次烧制成瓷,来制备发光陶瓷。本发明使用的富镁冶金镍渣中,包括以质量百分数计的如下组份:Na₂O 2-3wt%、MgO 29-38wt%、Al₂O₃ 4-6wt%、SiO₂ 48-52wt%、CaO 1-2wt%和FeO 7-8wt%。

[0011] 优选的,所述的富镁冶金镍渣是金属镍和镍合金冶炼过程中排放的固体废渣。

[0012] 此类的固体废渣,主要成分是CaO、SiO₂、Al₂O₃和MgO等。在发光陶瓷的制备中,均为重要的组成成分。本发明中,富镁冶金镍渣的含量占整个组份质量的51-60wt%,很好地起到了工业固体废弃物再利用的重要作用。

[0013] 一种所述的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷的制备方法,包括以下步骤:

[0014] (1)按照既定重量比例称取原料富镁冶金镍渣、氧化铝、二氧化硅和氧化铈,球磨混合;

[0015] (2)球磨后,烘干;

[0016] (3)加入粘结剂造粒,过筛;

[0017] (4)压制成素坯;

[0018] (5)在一定温度下烧结,降至室温后即可制得发光陶瓷材料。

[0019] 优选的,所述球磨的转速为350-500转/分钟,球磨的时间为3-5小时。

[0020] 优选的,所述粘结剂为聚乙烯醇水溶液,聚乙烯醇水溶液的浓度为5-8wt%,聚乙烯醇水溶液的加入量为7-9wt%。

[0021] 优选的,所述压制成素坯的成型压力为6-10MPa。

[0022] 优选的,所述的烧结是以升温速率1.5-2℃/分钟升温到400-500℃,并保温1-2小时,然后以升温速率2-3℃/分钟升温到1150-1175℃,并保温2-4小时,烧结完成后以3-5℃/分钟的降温速率降至室温。

[0023] 与现有技术相比,本发明的有益效果为:

[0024] (1)本发明提供一种用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷,经自然光或其他光源短时间照射后,在人眼可视亮度范围内,可以在黑暗中持续发光24小时。

[0025] (2)本发明提供一种用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷,致密度较高,力学性能优异,抗压强度可达到68MPa,抗弯强度可达到150MPa。

[0026] (3)本发明提供一种所述的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷的制备方法,该方法对富镁冶金镍渣的利用率高达60wt%,陶瓷的烧制温度低至1150℃,不需要额外添加稀土发光材料,一次烧制成瓷,具有操作方便、镍渣利用率高等优点。

附图说明

[0027] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,以下将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单介绍。

[0028] 图1为实施例1所制备的产物的XRD图谱;

[0029] 图2为实施例1所制备的产物的SEM图片。

具体实施方式

[0030] 下面将结合实施例对本发明的实施方案进行详细描述,但是本领域技术人员将会理解,下列实施例仅用于说明本发明,而不应视为限制本发明的范围。实施例中未注明具体条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市售购买获得的常规产品。

[0031] 本发明用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷的4个具体实施例的原料组成如表1所示:

[0032] 表1 实施例1-4中原料的具体组成及比例

[0033]

原料	实施例 1		实施例 2		实施例 3		实施例 4	
	质量份数/%	质量/g	质量份数/%	质量/g	质量份数/%	质量/g	质量份数/%	质量/g
富镁冶金镍渣	51	12.75	54	13.5	57	14.25	60	15
Al ₂ O ₃	20	5	18	4.5	16	4	15	3.75
SiO ₂	29	7.25	28	7	27	6.75	25	6.25
Eu ₂ O ₃	0.5	0.125	1	0.25	1.5	0.375	2	0.5

[0034] 实施例1

[0035] 本发明提供的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷,包括以下组分:富镁冶金镍渣12.75g、Al₂O₃5g、SiO₂7.25g和Eu₂O₃0.125g。

[0036] 该利用富镁冶金镍渣制备发光陶瓷的方法包括以下步骤:

[0037] (1)称取12.75g富镁冶金镍渣、5gAl₂O₃、7.25gSiO₂和0.125gEu₂O₃,球磨混合,球磨的转速为350转/分钟,球磨的时间为3小时;

[0038] (2)球磨后,烘干;

[0039] (3)加入5wt%的聚乙烯醇水溶液1.75g造粒,过筛;

[0040] (4)压制素坯,成型压力为6MPa;

[0041] (5)以升温速率1.5°C/分钟升温到400°C,并保温1小时,然后以升温速率2°C/分钟升温到1150°C,并保温2小时,烧结完成后以3°C/分钟的降温速率降至室温后即可制得发光陶瓷材料。

[0042] 对该发光陶瓷的测试结果如下:

[0043] 将过程(5)中煅烧后的发光陶瓷用X射线衍射仪(XRD,D/Max2500)进行相组成分析,如图1所示,结果显示发光陶瓷以原顽辉石相为主晶相;用扫描电子显微镜(SEM,JEOL-6310)进行微观形貌分析,结果显示发光陶瓷显微结构较为致密,存在少量的孔洞;用荧光光谱仪(PL,FL3-221)进行发光性能测试,结果显示发光陶瓷在紫外光激发下发出明亮的红光,余辉时间可长达20小时;用万能试验机进行力学性能测试,抗压强度可达到60MPa,抗弯强度可达到140MPa。

[0044] 实施例2

[0045] 本发明提供的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷,包括以下组分:富镁冶金镍渣13.5g、Al₂O₃ 4.5g、SiO₂ 7g和Eu₂O₃ 0.25g。

[0046] 该利用富镁冶金镍渣制备发光陶瓷的方法包括以下步骤:

[0047] (1)称取13.5g富镁冶金镍渣、4.5g Al_2O_3 、7g SiO_2 和0.25g Eu_2O_3 ，球磨混合，球磨的转速为400转/分钟，球磨的时间为4小时；

[0048] (2)球磨后，烘干；

[0049] (3)加入6wt%的聚乙烯醇水溶液2g造粒，过筛；

[0050] (4)压制成素坯，成型压力为8MPa；

[0051] (5)以升温速率2℃/分钟升温到450℃，并保温1.5小时，然后以升温速率2.5℃/分钟升温到1160℃，并保温3小时，烧结完成后以4℃/分钟的降温速率降至室温后即可制得发光陶瓷材料。

[0052] 对该发光陶瓷的测试结果如下：

[0053] 将过程(5)中煅烧后的发光陶瓷用X射线衍射仪(XRD, D/Max2500)进行相组成分析，结果显示发光陶瓷以原顽辉石相为主晶相；用扫描电子显微镜(SEM, JEOL-6310)进行微观形貌分析，结果显示发光陶瓷显微结构较为致密，存在少量的孔洞；用荧光光谱仪(PL, FL3-221)进行发光性能测试，结果显示发光陶瓷在紫外光激发下发出明亮的红光，余辉时间可长达24小时；用万能试验机进行力学性能测试，抗压强度可达到63MPa，抗弯强度可达到145MPa。

[0054] 实施例3

[0055] 本发明提供的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷，包括以下组分：富镁冶金镍渣 14.25g、 Al_2O_3 4g、 SiO_2 6.75g和 Eu_2O_3 0.375g。

[0056] 该利用富镁冶金镍渣制备发光陶瓷的方法包括以下步骤：

[0057] (1)称取14.25g富镁冶金镍渣、4g Al_2O_3 、6.75g SiO_2 和0.375g Eu_2O_3 ，球磨混合，球磨的转速为450转/分钟，球磨的时间为5小时；

[0058] (2)球磨后，烘干；

[0059] (3)加入7wt%的聚乙烯醇水溶液2g造粒，过筛；

[0060] (4)压制成素坯，成型压力为9MPa；

[0061] (5)以升温速率1.5℃/分钟升温到500℃，并保温2小时，然后以升温速率3℃/分钟升温到1170℃，并保温4小时，烧结完成后以5℃/分钟的降温速率降至室温后即可制得发光陶瓷材料。

[0062] 对该发光陶瓷的测试结果如下：

[0063] 将过程(5)中煅烧后的发光陶瓷用X射线衍射仪(XRD, D/Max2500)进行相组成分析，结果显示发光陶瓷以原顽辉石相为主晶相；用扫描电子显微镜(SEM, JEOL-6310)进行微观形貌分析，结果显示发光陶瓷显微结构较为致密，存在少量的孔洞；用荧光光谱仪(PL, FL3-221)进行发光性能测试，结果显示发光陶瓷在紫外光激发下发出明亮的红光，余辉时间可长达18小时；用万能试验机进行力学性能测试，抗压强度可达到65MPa，抗弯强度可达到148MPa。

[0064] 实施例4

[0065] 本发明提供的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷，包括以下组分：富镁冶金镍渣 15g、 Al_2O_3 3.75g、 SiO_2 6.25g和 Eu_2O_3 0.5g。

[0066] 该利用富镁冶金镍渣制备发光陶瓷的方法包括以下步骤：

[0067] (1)称取15g富镁冶金镍渣、3.75g Al_2O_3 、6.25g SiO_2 和0.5g Eu_2O_3 ，球磨混合，球磨

的转速为500转/分钟,球磨的时间为3小时;

[0068] (2)球磨后,烘干;

[0069] (3)加入8wt%的聚乙烯醇水溶液2.25g造粒,过筛;

[0070] (4)压制成素坯,成型压力为10MPa;

[0071] (5)以升温速率2℃/分钟升温到450℃,并保温1小时,然后以升温速率2.5℃/分钟升温到1175℃,并保温4小时,烧结完成后以3℃/分钟的降温速率降至室温后即可制得发光陶瓷材料。

[0072] 对该发光陶瓷的测试结果如下:

[0073] 将过程(5)中煅烧后的发光陶瓷用X射线衍射仪(XRD,D/Max2500)进行相组成分析,结果显示发光陶瓷以原顽辉石相为主晶相;用扫描电子显微镜(SEM,JEOL-6310)进行微观形貌分析,结果显示发光陶瓷显微结构较为致密,存在少量的孔洞;用荧光光谱仪(PL,FL3-221)进行发光性能测试,结果显示发光陶瓷在紫外光激发下发出明亮的红光,余辉时间可长达20小时;用万能试验机进行力学性能测试,抗压强度可达到68MPa,抗弯强度可达到150MPa。

[0074] 综上所述,本发明提供的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷,经自然光或其他光源短时间照射后,在人眼可视亮度范围内,可以在黑暗中持续发光24小时。该发光陶瓷致密度较高,力学性能优异,抗压强度可达到68MPa,抗弯强度可达到150MPa。本发明提供的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷的制备方法,该方法对富镁冶金镍渣的利用率高达60wt%,陶瓷的烧制温度低至1150℃,不需要额外添加稀土发光材料,一次烧制成瓷,具有操作方便、镍渣利用率高等优点。本发明提供的利用富镁冶金镍渣制备的发光陶瓷可应用于公共设施应急标志、家居装饰和建筑节能等领域。

[0075] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出:对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

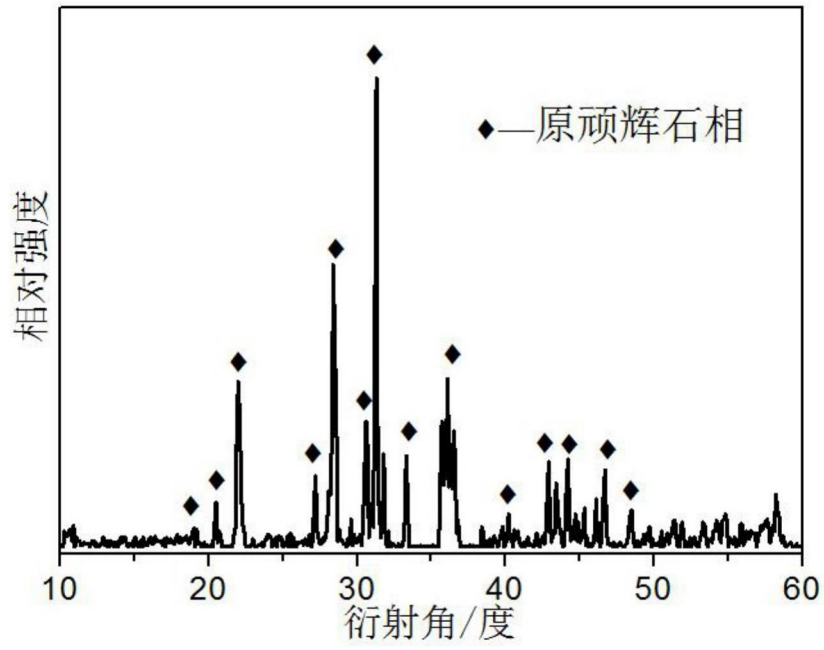


图1

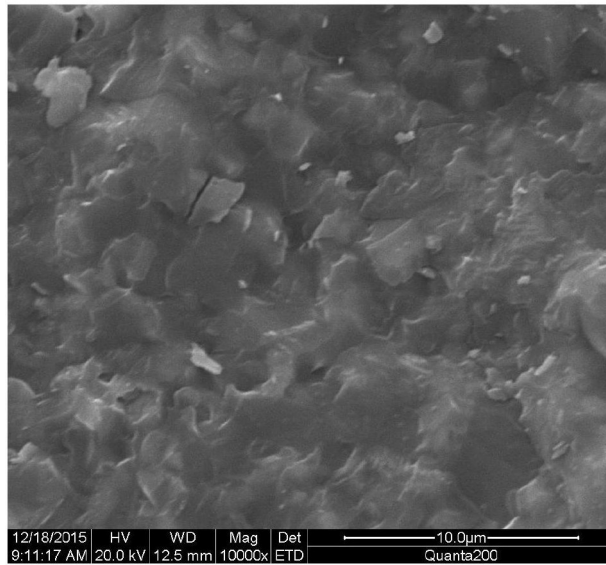


图2