



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 047 556** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁶ **C 01 B 13/18, C 01 F 5/06,
7/30, C 01 G 3/02, 9/02, 11/00,
37/02, 45/02, 49/06, 53/04**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 5060152/26, 13.03.1992

(46) Дата публикации: 10.11.1995

(56) Ссылки: 1. Патент США N 4250149, кл. 423-50, 1981.2. Заявка Японии N 64-1141806, кл. C 01B 13/32, 1989.3. Патент США N 4141963, кл. 423-592, 1979.

(71) Заявитель:

Пуртов А.И.,
Калиниченко И.И.,
Антропова О.А.,
Абрамов Ю.А.

(72) Изобретатель: Пуртов А.И.,
Калиниченко И.И., Антропова О.А., Абрамов Ю.А.

(73) Патентообладатель:
Пуртов Анатолий Иванович

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ И СЛОЖНЫХ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ

(57) Реферат:

Использование: при получении пигментов, катализаторов, полупроводниковых материалов. Сущность изобретения: нитраты металлов нагревают в атмосфере водяного пара, подаваемого в реактор в количестве, в 1,2 раза превышающем теоретически

необходимое для гидролиза, а газообразные продукты реакции выводят и охлаждают до образования азотной кислоты. Изобретение упрощает технологию получения оксидов металлов, улучшает условия труда, обеспечивает сохранность окружающей среды. 2 табл.

RU 2 0 4 7 5 5 6 C 1

RU 2 0 4 7 5 5 6 C 1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 047 556** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.⁶ **C 01 B 13/18, C 01 F 5/06,
7/30, C 01 G 3/02, 9/02, 11/00,
37/02, 45/02, 49/06, 53/04**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 5060152/26, 13.03.1992

(46) Date of publication: 10.11.1995

(71) Applicant:

**Purtov A.I.,
Kalinichenko I.I.,
Antropova O.A.,
Abramov Ju.A.**

(72) Inventor: **Purtov A.I.,**

Kalinichenko I.I., Antropova O.A., Abramov Ju.A.

(73) Proprietor:

Purtov Anatolij Ivanovich

(54) **METHOD FOR PRODUCING INDIVIDUAL AND COMPOSITE METAL OXIDES**

(57) Abstract:

FIELD: obtaining oxygen-containing compounds. SUBSTANCE: method involves heating metal nitrates in atmosphere of water steam in the amounts 1.2 times

exceeding the amount theoretically needed for hydrolysis. Gaseous reaction products are removed and cooled until nitric acid is obtained. EFFECT: simplified ecologically clean process; improved working conditions. 2 tbl

RU 2 0 4 7 5 5 6 C 1

RU 2 0 4 7 5 5 6 C 1

Изобретение относится к неорганической химии, а именно к способам получения оксидов металлов, и может быть использовано при получении пигментов, катализаторов, полупроводниковых материалов.

Известны способы получения индивидуальных оксидов металлов (Mn, Zn, Ce и др.) из их нитратов нейтрализацией щелочным агентом с последующим отделением осадка (например, в виде геля) и его разложением до получения целевого продукта (например, при нагревании или в присутствии окислителя) (1).

Недостатком способа является наличие жидких отходов в виде растворов нитратов щелочных и щелочно-земельных металлов.

Известен способ получения сложных оксидов металлов из водного раствора нитратов соответствующих металлов (2). К исходной смеси добавляют растворимый в воде загуститель, затем смесь высушивают, сухой остаток подвергают термическому разложению.

Недостатком способа является наличие газообразных отходов, содержащих оксиды азота.

Наиболее близким к заявляемому является способ термического разложения нитратов металлов (3). Способ предусматривает следующие стадии: введение в реактор для разложения твердых частиц оксида металла, покрытых жидким нитратом металла: повышение температуры до уровня, превышающего температуру разложения нитратов; поддержание покрытых частиц в атмосфере, образовавшейся в результате выделения водяных паров в процессе разложения кристаллогидратов, в течение времени, достаточного для разложения нитрата; оксид металла, являющийся продуктом разложения, образуется на поверхности частиц и плотно сцепляется с поверхностью; удаление оксида металла в газовой смеси, содержащей диоксид азота.

Недостатком способа является наличие газообразных отходов, содержащих диоксид азота.

Задачей изобретения является устранение жидких и газообразных отходов реакции за счет полной регенерации азотной кислоты и повторного ее использования.

Поставленная задача достигается тем, что в способе получения индивидуальных и сложных оксидов металлов из нитратов их термическим разложением в атмосфере водяного пара, с образованием газообразных продуктов реакции, содержащих оксиды азота, водяной пар подают в количестве, по меньшей мере в 1,2 раза превышающем теоретически необходимое, а газообразные продукты реакции выводят и охлаждают до образования азотной кислоты. Получение индивидуальных и сложных оксидов происходит путем термического гидролиза нитратов металлов. Подача в реактор избытка водяного пара в количестве, которое по меньшей мере в 1,2 раза превышает

теоретически необходимое для гидролиза, обеспечивает полное разделение образующихся в результате реакции оксидов металлов и газообразных продуктов реакции, состоящих из смеси оксидов азота (II, III, IV), азотной и азотистой кислот, кислорода (воздуха) и паров воды. Охлаждение газообразных продуктов реакции до образования азотной кислоты обеспечивает полную регенерацию азотной кислоты и повторное ее использование, что полностью устраняет жидкие и газообразные отходы реакции.

Заявляемым способом осуществлялось получение индивидуальных оксидов Mg, Al, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Cd и сложных оксидов систем Zn-Mn-Fe, Ni-Fe.

Химически чистые нитраты металлов массой 3 кг (в пересчете на безводную соль) загружались в шнековую цилиндрическую печь с электрообогревом объемом 0,02 м³. Приведены примеры получения каждого из оксидов при подаче пара в количестве, превышающем в 1,2 раза теоретически необходимое для гидролиза, и при подаче пара в количестве, обеспечивающем получение азотной кислоты с концентрацией 20%

Газообразные продукты реакции охлаждались в нержавеющей теплообменнике с объемом межтрубного пространства 0,01 м³. После завершения реакций производилось взвешивание целевых продуктов, определение их плотности и чистоты, а также определение концентрации регенерированной азотной кислоты на основании стандартных методик.

Технологические параметры для получения индивидуальных оксидов, масса и характеристика целевых продуктов, концентрация регенерированной азотной кислоты приведены в табл.1, для сложных оксидов в табл.2.

Как видно из приведенных примеров, заявляемый способ позволяет получать индивидуальные и сложные химически чистые оксиды металлов. При этом обеспечивается полная регенерация азотной кислоты, получающейся в результате реакции и ее повторное использование, что устраняет жидкие и газообразные отходы реакции.

Использование изобретения упрощает технологию получения оксидов металлов за счет сокращения числа операций, улучшает условия труда, обеспечивает сохранность окружающей среды.

Формула изобретения:

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ И СЛОЖНЫХ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ из нитратов их термическим разложением в атмосфере водяного пара с образованием газообразных продуктов реакции, содержащих оксиды азота, отличающийся тем, что водяной пар подают в количестве, по меньшей мере в 1,2 раза превышающем теоретически необходимое, а газообразные продукты реакции выводят и охлаждают до образования азотной кислоты.

RU 2047556 C1

RU 2047556 C1

Таблица 1

Технологические параметры получения индивидуальных оксидов металлов и характеристики целевых продуктов

Обозначение исходных веществ/масса, кг	Температура процесса, °С	Количество пара, теоретически необходимого для гидролиза, кг	Количество подаваемого пара, кг	Концентрация регенерированной азотной кислоты, %	Масса регенерированной азотной кислоты в пересчете на 100% кислоту, кг/% от теорории	Характеристика полученного оксида металла			
						масса оксида, кг/% от теории	внешний вид	плотность, г/см ³	Содержание примесей, %
Mg(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O/3	470	0,43	0,52 11,64	47 20	2,0/98	0,96/99	Белый, рыхлый порошок	3,3	0,5
Al(NO ₃) ₃ · 9H ₂ O/3	600	0,38	0,46 10,18	49 20	2,6/98	0,71/99	Белый порошок	3,7	2,0
Cr(NO ₃) ₃ · 9H ₂ O/3	510	0,34	0,41 9,11	49 20	2,3/97	0,98/98	Темно-зеленый порошок	5,2	1,0
Mn(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O/3	320	0,30	0,36 8,04	49 20	2,0/98	1,43/98	Коричневый порошок	5,0	10,0
Fe(NO ₃) ₃ · 9H ₂ O/3	300	0,33	0,40 8,80	48 20	2,3/98	1,3/99	Коричнево-красный порошок	5,1	0,5
Ni(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O/3	480	0,3	0,36 8,04	50 20	1,7/96	1,2/98	Темные кристаллы	7,5	0,2

Продолжение табл. 1

Обозначение исходных веществ/масса, кг	Температура процесса, °С	Количество пара, теоретически необходимого для гидролиза, кг	Количество подаваемого пара, кг	Концентрация регенерированной азотной кислоты, %	Масса регенерированной азотной кислоты в пересчете на 100% кислоту, кг/% от теории	Характеристика полученного оксида металла			
						масса оксида, кг/% от теории	внешний вид	плотность, г/см ³	Содержание примесей, %
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}/3$	320	0,3	0,36 7,67	62 20	1,9/98	0,99/99	Коричнево-черный порошок	5,4	0,5
$\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}/3$	550	0,23	0,28 5,48	57 20	1,5/98	1,60/98	Коричневый порошок	4,53	1,2

Т а б л и ц а 2

Технологические параметры получения сложных оксидов металлов и характеристики целевых продуктов

Обозначение исходных веществ/масса, кг	Температура процесса, °С	Количество пара, теоретически необходимого для гидролиза, кг	Количество подаваемого пара, кг	Концентрация регенерированной азотной кислоты, %	Масса регенерированной азотной кислоты, кг/% от теории	Характеристика полученного оксида металла			
						масса, кг/% от теории	внешний вид	плотность, г/см ³	Содержание примесей, %
0,5 Zn(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O	500	0,25	0,30	50,2	2,20/98	1,30/98	Темно-коричневый порошок	5,4	0,8
0,5 Mn(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O			7,12						
2Fe(NO ₃) ₃ · 6H ₂ O/3	500	0,32	0,38	50,4	2,19/98	1,29/98	Темно-коричневый порошок	6,9	0,9
Ni(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O			7,20						
2Fe(NO ₃) ₃ · 9H ₂ O/3							шоко		