



(51) МПК  
*C01G 9/02* (2006.01)  
*C22B 3/04* (2006.01)  
*C22B 19/00* (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: 2013115789/02, 08.04.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
 08.04.2013

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 08.04.2013

(43) Дата публикации заявки: 20.10.2014 Бюл. № 29

(45) Опубликовано: 20.04.2015 Бюл. № 11

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2420458 C2, 10.06.2011. RU 2464229 C2, 27.04.2012. RU 2154027 C1, 10.08.2000. RU 2179194 C2, 10.02.2002. CN 1749446 A, 22.03.2006. US 5582812 A, 10.12.1996. JP 2009029702 A, 12.02.2009. US 5204084 A, 20.04.1993

Адрес для переписки:

663690, Красноярский край, Зеленогорск, ул.  
 Первая Промышленная, 1, АО "ПО ЭХЗ"

(72) Автор(ы):

Губанов Олег Витальевич (RU),  
 Гилев Александр Николаевич (RU),  
 Киселев Александр Илларионович (RU),  
 Кононов Дмитрий Борисович (RU),  
 Тимофеев Дмитрий Васильевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Акционерное общество "Производственное  
 объединение Электрохимический завод" (АО "ПО ЭХЗ") (RU)

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ОКСИДА ЦИНКА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии получения оксида цинка и может быть использовано для получения оксида цинка со смещенным изотопным составом. Способ включает получение гидроксида цинка из диэтилцинка, которое ведут в проточном реакторе в струе воды или водной пульпы, содержащей гидроксид цинка, с расходом диэтилцинка до 40 кг в час с получением пульпы, содержащей частицы гидроксида цинка. Пульпу

подвергают сепарации для отделения от реакционных газов и повторно подают в реактор в качестве гидролизующего агента. После насыщения пульпы гидроксид цинка отделяют от воды отстаиванием. Гидроксид цинка сушат и разлагают до оксида цинка. Техническим результатом является безопасность процесса, которая достигается за счет моментального отвода тепла и продуктов реакции струей воды. 3 пр.

RU 2 548 537 C2

RU 2 548 537 C2



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 548 537**<sup>(13)</sup> **C2**

(51) Int. Cl.  
*C01G* 9/02 (2006.01)  
*C22B* 3/04 (2006.01)  
*C22B* 19/00 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2013115789/02, 08.04.2013

(24) Effective date for property rights:  
08.04.2013

Priority:

(22) Date of filing: 08.04.2013

(43) Application published: 20.10.2014 Bull. № 29

(45) Date of publication: 20.04.2015 Bull. № 11

Mail address:

663690, Krasnojarskij kraj, Zelenogorsk, ul. Pervaja  
Promyshlennaja, 1, AO "PO EhKhZ"

(72) Inventor(s):

Gubanov Oleg Vital'evich (RU),  
Gilev Aleksandr Nikolaevich (RU),  
Kiselev Aleksandr Illarionovich (RU),  
Kononov Dmitrij Borisovich (RU),  
Timofeev Dmitrij Vasil'evich (RU)

(73) Proprietor(s):

Aksionernoe obshchestvo "Proizvodstvennoe  
ob"edinenie Ehlektrokhimicheskij zavod" (AO  
"PO EhKhZ") (RU)

(54) **METHOD OF OBTAINING ZINC OXIDE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to technology of obtaining zinc oxide and can be applied for obtaining zinc oxide with displaced isotopic composition. Method includes obtaining zinc hydroxide from diethylzinc, which is carried out in flow-type reactor in water or water pulp stream, containing zinc hydroxide, with consumption of diethylzinc up to 40 kg and hour with obtaining pulp, which contains zinc particles. Pulp is

subjected to separation to separate it from reaction gases and re-supplied into reactor as hydrolysing agent. After pulp saturation zinc hydroxide is separated from water by settling. Zinc hydroxide is dried and decomposed to zinc oxide.

EFFECT: process safety which is achieved due to instant removal of heat and reaction products by water stream.

3 ex

R U  
2 5 4 8 5 3 7  
C 2

R U  
2 5 4 8 5 3 7  
C 2

Изобретение относится к технологии получения оксида цинка. Оно также может быть использовано для получения оксида цинка со смещенным изотопным составом, т.е. отличным от природного. Оксид цинка со смещенным изотопным составом применяют в качестве добавки в системах охлаждения «легководных» атомных реакторов.

Известен способ получения оксида цинка (Патент 2179194, МПК C22B 019/00, C22B 019/34), включающий: выщелачивание исходного сырья раствором едкого натра в присутствии оксида кальция (одновременно с извлечением оксида цинка в раствор происходит очистка от кремнезема) и элементарной серы (одновременно происходит очистка от оксида свинца), отделение осадка вредных примесей от получаемого чистого цинкатного раствора, разложение последнего в присутствии затравочного оксида цинка, выделение выпавшего осадка оксида цинка, сушку и прокалку последнего с получением конечного продукта.

Недостатком данного метода является невозможность его применения для получения оксида цинка с изотопным смещением.

Известен способ получения оксида цинка (Патент 2224748, МПК 7 C01G 9/02, C25B 1/00), заключающийся в электрохимическом окислении металлического цинка в водном растворе хлорида натрия с концентрацией 2-5 мас.%, который осуществляют с помощью переменного синусоидального тока 1,0-2,0 А/см<sup>2</sup> и температуре 50-90°C. Полученный по предлагаемому способу оксид цинка обладает высокой степенью дисперсности для прокаленных при различных температурах образцов.

Недостатком данного метода является невозможность его применения для получения оксида цинка с изотопным смещением.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату является способ получения оксида цинка патент №2420458, согласно которому получение оксида цинка проводят в жидкофазной среде: диэтилцинк разбавляют гексаном в соотношении 1:(12-16) по объему, далее к смеси добавляют воду с 10-30% избытком от стехиометрического количества, полученный гидроксид цинка подвергают сушке при температуре 120-170°C в течение 3-4 часов, разложению при температуре 350-400°C в течение 15-19 часов до оксида цинка.

Недостатками указанного метода являются: высокая себестоимость порошка за счет применения в синтезе гексана особой чистоты, низкая производительность - процесс периодический, ограничен небольшими количествами диэтилцинка (не более 500 г за один цикл, в виду взрывопожароопасных свойств диэтилцинка, время цикла составляет порядка 60 минут) и строго регламентирован температурными рамками 30-69°C. Ниже указанного диапазона скорость реакции снижается и достигает нескольких часов. Выше указанного диапазона процесс носит бурный, взрывной характер и протекает с большим газовыделением, что приводит к уносу частиц гидроксида цинка и как следствие потере полупродукта.

Задачей изобретения является: получение порошка оксида цинка с меньшими затратами на реагенты, создание безопасного непрерывного процесса с большей производительностью.

Заявленный способ отличается от прототипа тем, что получение оксида цинка проводят без участия гексана, что делает способ экономически выгоднее. Процесс является непрерывным - до испитания заданного количества диэтилцинка, проводится в закрытой системе, в проточном реакторе, в струе воды либо пульпы с постоянной подачей небольших количеств диэтилцинка, безопасность процесса достигается за счет моментального уноса и охлаждения струей воды продуктов реакции (I) из реактора,

т.е. не лимитирована температурными рамками. За счет малых количеств диэтилцинк, по сравнению с водой, реакция (I) проходит практически мгновенно



5 Далее полученную пульпу, содержащую частицы гидроксида цинка, газообразный этан и воду подвергают сепарации для отделения от реакционных газов. После сепарации пульпа содержит большое количество свободной воды и частицы гидроксида цинка, и в целях снижения объема реагентов пульпа вновь поступает в реактор в качестве гидролизующего диэтилцинк агента. Пройдя определенное количество циклов через  
10 реактор, пульпа насыщается гидроксидом цинка в достаточной мере и поступает в отстойник, где происходит отделение гидроксида цинка от воды с последующей вакуумной сушкой и разложением до оксида цинка. Вода, отделенная на стадии отстаивания и сушки, возвращается на первую стадию процесса.

В результате производство порошка оксида цинка становится экономически  
15 целесообразней за счет исключения гексана из технологического процесса и увеличения производительности установки до 40 кг диэтилцинк в час (производительность ограничивается только соотношением реагентов диэтилцинк : вода). Процесс является непрерывным до переработки заданного количества диэтилцинк - определяется только объемом используемой для процесса воды.

20 **Пример №1.** В проточный реактор подают реагенты, диэтилцинк и воду или пульпу в определенном соотношении. Процесс является непрерывным - до испитания заданного количества диэтилцинк.

За счет непрерывной подачи больших объемов воды происходит моментальный унос продуктов из зоны реакции, тем самым осуществляется достаточно быстрый отвод  
25 тепла, что и делает процесс безопасным. Благодаря определенному соотношению реагентов реакция (I) проходит мгновенно.

Полученную пульпу, содержащую частицы гидроксида цинка, газообразный этан и воду, подвергают сепарации для отделения от реакционных газов. После сепарации пульпа содержит смесь большого количества свободной воды и частиц гидроксида  
30 цинка, и в целях снижения объема реагентов пульпа вновь поступает в реактор в качестве гидролизующего диэтилцинк агента. Пройдя определенное количество циклов через реактор пульпа насыщается гидроксидом цинка и поступает в отстойник, где гидроксид цинка отделяется от воды, затем поступает на вакуумную сушку и подвергается дальнейшему разложению до оксида цинка. Вода, отделенная на стадии отстаивания  
35 и сушки, возвращается на первую стадию процесса.

В результате производство порошка оксида цинка становится экономически целесообразней за счет исключения гексана из технологического процесса и большей  
40 производительности установки до 40 кг диэтилцинк в час. Процесс является непрерывным до переработки заданного количества диэтилцинк.

40 **Пример №2.** В проточный реактор подают реагенты, диэтилцинк и воду или пульпу, в определенном соотношении. Процесс является непрерывным - до испитания заданного количества диэтилцинк.

За счет непрерывной подачи больших объемов воды происходит моментальный унос продуктов из зоны реакции, тем самым осуществляется достаточно быстрый отвод  
45 тепла, что и делает процесс безопасным. Благодаря определенному соотношению реагентов реакция (I) проходит мгновенно.

Полученную пульпу, содержащую частицы гидроксида цинка, газообразный этан и воду, подвергают сепарации для отделения от реакционных газов. После сепарации

пульпа содержит смесь большого количества свободной воды и частиц гидроксида цинка, и в целях снижения объема реагентов пульпа вновь поступает в реактор в качестве гидролизующего диэтилцинк агента. Пройдя определенное количество циклов через реактор пульпа насыщается гидроксидом цинка и поступает в отстойник, где гидроксид цинка отделяется от воды, затем поступает на вакуумную сушку и подвергается дальнейшему разложению до оксида цинка. Вода, отделенная на стадии отстаивания и сушки, возвращается на первую стадию процесса.

В результате производство порошка оксида цинка становится экономически целесообразней за счет исключения гексана из технологического процесса и большей производительности установки до 40 кг диэтилцинка в час. Процесс является непрерывным до переработки заданного количества диэтилцинка.

Пример №3. В проточный реактор подают реагенты, диэтилцинк и воду или пульпу, в определенном соотношении. Процесс является непрерывным - до испитания заданного количества диэтилцинка.

За счет непрерывной подачи больших объемов воды происходит моментальный унос продуктов из зоны реакции, тем самым осуществляется достаточно быстрый отвод тепла, что и делает процесс безопасным. Благодаря определенному соотношению реагентов реакция (I) проходит мгновенно.

Полученную пульпу, содержащую частицы гидроксида цинка, газообразный этан и воду, подвергают сепарации для отделения от реакционных газов. После сепарации пульпа содержит смесь большого количества свободной воды и частиц гидроксида цинка, и в целях снижения объема реагентов пульпа вновь поступает в реактор в качестве гидролизующего диэтилцинк агента. Пройдя определенное количество циклов через реактор пульпа насыщается гидроксидом цинка и поступает в отстойник, где гидроксид цинка отделяется от воды, затем поступает на вакуумную сушку и подвергается дальнейшему разложению до оксида цинка. Вода, отделенная на стадии отстаивания и сушки, возвращается на первую стадию процесса.

В результате производство порошка оксида цинка становится экономически целесообразней за счет исключения гексана из технологического процесса и большей производительности установки до 40 кг диэтилцинка в час. Процесс является непрерывным до переработки заданного количества диэтилцинка.

#### Формула изобретения

Способ получения оксида цинка, включающий получение гидроксида цинка из диэтилцинка, отличающийся тем, что получение гидроксида цинка из диэтилцинка проводят в проточном реакторе в струе воды или водной пульпы, содержащей гидроксид цинка, с расходом диэтилцинка до 40 кг в час с получением пульпы, содержащей частицы гидроксида цинка, которую подвергают сепарации для отделения от реакционных газов и повторно подают в реактор в качестве гидролизующего агента, после насыщения пульпы гидроксид цинка отделяют от воды отстаиванием, сушат и разлагают до оксида цинка.