



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

B22F 9/16 (2024.08); C01F 17/235 (2024.08); C22B 59/00 (2024.08)

(21)(22) Заявка: 2024116044, 11.06.2024

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
11.06.2024Дата регистрации:
24.02.2025

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 11.06.2024

(45) Опубликовано: 24.02.2025 Бюл. № 6

Адрес для переписки:

119991, Москва, ГСП-1, В-49, Ленинский пр-кт,
4, НИТУ МИСИС, отдел интеллектуальной
собственности

(72) Автор(ы):

Богатырева Елена Владимировна (RU),
Карташева Анастасия Игоревна (RU),
Томюк Дмитрий Дмитриевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Национальный
исследовательский технологический
университет "МИСИС" (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2243940 C2, 10.01.2005. СНАО
LV. et.al. Preparation of cerium oxide via
microwave heating: research on effect of
temperature field on particles. Crystals 2022, 12,
843, p. 1-11. RICCARDI C.S. et.al. Preparation of
CeO₂ by a simple microwave-hydrothermal
method. Solid State Ionics 180 (2009), p. 288-291.
БОГАТЫРЕВА Е.В. и др. Оптимизация (см.
прод.)

(54) Способ получения диоксида церия

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии получения соединений редкоземельных металлов, в частности порошков диоксида церия со сфероидальной формой частиц, используемых в производстве полирующих порошков, автомобильных катализаторов и др. Способ включает термическое разложение слоя суспензии высотой до 5 мм СВЧ-нагревом при мощности 680-800 Вт, частоте 2450±50 МГц в течение 1-2 мин. При этом суспензия содержит в мас. %: 50-

51 карбоната церия; 27,0-27,5 нитрата аммония; 22-22,5 воды. Обеспечивается повышение энерго- и ресурсосбережения, снижение продолжительности термической обработки, исключение операций промывки и сушки осадка, получение порошка диоксида церия со сфероидальной формой частиц с долей фракции менее 1 и 5 мкм не менее 40 и 75%, соответственно. 1 ил., 7 пр.

(56) (продолжение):

режимов термообработки карбоната церия. Труды Кольского научного центра РАН. Серия: Технические науки. 2023, т. 14, N 3, с. 50-53. RU 2506228 C1, 10.02.2014.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
B22F 9/16 (2006.01)
C01F 17/235 (2020.01)
C22B 59/00 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
B22F 9/16 (2024.08); *C01F 17/235* (2024.08); *C22B 59/00* (2024.08)

(21)(22) Application: **2024116044, 11.06.2024**

(24) Effective date for property rights:
11.06.2024

Registration date:
24.02.2025

Priority:

(22) Date of filing: **11.06.2024**

(45) Date of publication: **24.02.2025** Bull. № 6

Mail address:

**119991, Moskva, GSP-1, V-49, Leninskij pr-kt, 4,
NITU MISIS, otdel intellektualnoj sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Bogatyreva Elena Vladimirovna (RU),
Kartasheva Anastasiya Igorevna (RU),
Tomyuk Dmitrij Dmitrievich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Natsionalnyj issledovatel'skij
tehnologicheskij universitet "MISIS" (RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING CERIUM DIOXIDE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to the technology of producing compounds of rare-earth metals, particularly cerium dioxide powders with spheroidal shape of particles used in production of polishing powders, automotive catalysts, etc. Method involves thermal decomposition of a layer of suspension with height of up to 5 mm by microwave heating at power 680-800 W, frequency 2450±50 MHz for 1-2 minutes. Suspension contains the following in wt.%: 50-51 of

cerium carbonate; 27.0-27.5 of ammonium nitrate; 22-22.5 of water.

EFFECT: higher energy and resource saving, reduced duration of thermal treatment, exclusion of operations of washing and drying of sediment, obtaining powder of cerium dioxide with spheroidal shape of particles with fraction of less than 1 and 5 mcm of not less than 40 and 75%, respectively.

1 cl, 1 dwg, 7 ex

RU 2 835 274 C1

RU 2 835 274 C1

Изобретение относится к технологии получения соединений редкоземельных металлов (РЗМ), в частности порошков диоксида церия со сфероидальной формой частиц, используемого в производстве полирующих порошков, автомобильных катализаторов и др.

5 Основной способ получения порошка диоксида церия - термическое разложение его солей: карбонатов, оксалатов или нитратов. С учетом высокой стоимости щавелевой кислоты и экологического аспекта, в основном, применяется термическое разложение карбонатов [Редкоземельные металлы /А.И. Михайличенко, Е.Б. Михлин, Ю.Б. Патрикеев - М.: Металлургия, 1987. - 232 с].

10 Известен способ получения порошка диоксида церия с пластинчатой формой частиц термическим разложением карбоната церия при температуре 500°C в течение 2 часов. Карбонат церия получен осаждением из раствора нитрата церия концентрацией 0,2 моль/л раствором бикарбоната аммония (0,5 моль/л) с последующей промывкой осадка и сушкой его в течение 12 часов при температуре 105°C (Janos, P., Henych, J., Pfeifer, J.,
15 Zemanova, N., Pilafova, V., Milde, D., Stengl., Nanocrystalline cerium oxide prepared from a carbonate precursor and its ability to breakdown biologically relevant organophosphates // Environmental Science: Nano - 2017 - 4(6). - P. 1283-1293).

Недостатки способа - осаждение карбоната церия из сильно разбавленных растворов нитрата церия; общая продолжительность процесса не менее 14 часов; необходимость
20 предварительной сушки осадка карбоната церия; высокая температура процесса прокаливания; пластинчатая форма частиц получаемого диоксида церия.

Известен способ получения порошка диоксида церия термическим разложением неподвижного слоя высотой 1 см сухого карбоната церия при температуре 400°C в течение 2 часов; условия предварительной сушки: температура 90°C; продолжительность
25 6 часов (Проценко Т.В.,

Михайличенко А.И., Нефедова Н.В., Каратеева Е.Ю. Синтез оксида церия (IV) с развитой удельной поверхностью карбонатным методом // Химическая технология - 2000 - №5. - С. 7-10).

Недостатки способа - высокая продолжительность процесса; особые условия
30 осаждения карбоната церия; форма получаемых частиц диоксида церия - пластинки неправильной формы средней длины 1,7 мм.

Наиболее близким к заявляемому способу является способ получения порошка диоксида церия с высокой удельной поверхностью, включающий сушку и прокалку при температуре не менее 700°C в течение 1 часа суспензии с массовым соотношением
35 карбоната церия, ацетата аммония, воды (44-58): (25-34): (14-25), соответственно (Патент RU 2243940, опублик. 10.01.2005).

Недостатки способа - энергоемкость процесса, низкая производительность из-за необходимости сушки суспензии на воздухе, применение дополнительных реагентов, не определена форма частиц получаемого диоксида церия.

40 Изобретение решает задачи упрощения способа получения порошка диоксида церия со сфероидальной формой частиц из карбоната церия термическим разложением, повышения энерго- и ресурсосбережения.

Технический результат - повышение энерго- и ресурсосбережения из-за применения СВЧ-нагрева, что снижает продолжительность термической обработки в 30...40 раз; применение суспензии карбоната церия в растворе нитрата аммония позволяет
45 исключить операции промывки и сушки осадка карбоната церия после его осаждения из концентрированных азотнокислых растворов церия раствором карбоната аммония, снизить затраты на реагенты и объемы солевых стоков; упрощение способа получения

порошка диоксида церия со сфероидальной формой частиц из карбоната церия термическим разложением с долей фракции менее 1 и 5 мкм не менее 40 и 75%, соответственно.

5 Технический результат достигается тем, что в способе получения порошка диоксида церия, включающем термическое разложение суспензии, содержащей карбонат церия и воду, отличающимся тем, что термическое разложение осуществляют СВЧ-нагревом при мощности 680-800 Вт, частоте 2450 ± 50 МГц в течение 1-2 мин, которому подвергают слой суспензии высотой до 5 мм, содержащей в % мас.: 50-51 карбоната церия; 27,0-27,5 нитрата аммония; 22-22,5 воды.

10 Изобретение поясняется чертежом, где на фиг. 1 представлена микрофотография диоксида церия.

Примером реализации предлагаемого способа служат результаты следующих опытов.

15 Пример 1. Суспензию карбоната церия высотой слоя 2 мм, содержащую в % мас.: 52,6 карбоната церия; 14,4 нитрата аммония; 38,9 воды, подвергают СВЧ-нагреву при мощности 800 Вт, частоте 2450 ± 50 МГц в течение 1,0 мин. Доля фракций получаемого диоксида церия менее 1 и 5 мкм составляет 9,7 и 36,2%, соответственно.

Пример 2. Процесс проводится как в примере 1, но состав суспензии, в % мас.: 51,3 карбоната церия; 21,2 нитрата аммония; 27,5 воды. Доля фракций получаемого диоксида церия менее 1 и 5 мкм составляет 24,7 и 65,7%, соответственно.

20 Пример 3. Процесс проводится как в примере 1, но состав суспензии, в % мас.: 50,6 карбоната церия; 24,4 нитрата аммония; 25,0 воды. Доля фракций получаемого диоксида церия менее 1 и 5 мкм составляет 27,8 и 68,3%, соответственно.

Пример 4. Процесс проводится как в примере 1, но состав суспензии, в % мас.: 53,3 карбоната церия; 25,7 нитрата аммония; 21,0 воды. Доля фракций получаемого диоксида церия менее 1 и 5 мкм составляет 30,8 и 61,6%, соответственно.

25 Пример 5. Процесс проводится как в примере 1, но состав суспензии, в % мас.: 50,0 карбоната церия; 27,5 нитрата аммония; 22,5 воды, а продолжительность обработки составляла 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 мин. При этом доля фракций получаемого диоксида церия менее 1 мкм составила 44,0; 47,8; 47,7; 48,2% и менее 5 мкм - 78,7; 82,1; 84,0; 83,0%,
30 соответственно. Форма частиц диоксида церия сфероидальная (Фиг. 1).

Пример 6. Процесс проводится как в примере 5, но высота слоя суспензии карбоната церия соответствовала 4 мм, а продолжительность обработки 1,0; 1,5 и 2,0 мин. При этом доля фракций получаемого диоксида церия менее 1 мкм составила 38,3; 46,8; 44,3% и менее 5 мкм - 72,2; 77,2; 80,0%, соответственно.

35 Пример 7. Процесс проводится как в примере 5, но высота слоя суспензии карбоната церия соответствовала 6 мм, а продолжительность обработки 1,0 и 2,0 мин. При этом доля фракций получаемого диоксида церия менее 1 мкм составила 38,9; 31,3% и менее 5 мкм - 74,1; 63,0%, соответственно.

40 Хотя настоящее изобретение описано в деталях выше, для специалиста в указанной области техники очевидно, что могут быть сделаны изменения и произведены эквивалентные замены, и такие изменения и замены не выходят за рамки настоящего изобретения, определяемые приложенной формулой изобретения.

(57) Формула изобретения

45 Способ получения порошка диоксида церия, включающий термическое разложение суспензии, содержащей карбонат церия и воду, отличающийся тем, что термическое разложение осуществляют СВЧ-нагревом при мощности 680-800 Вт, частоте 2450 ± 50 МГц в течение 1-2 мин, которому подвергают слой суспензии высотой до 5 мм,

содержащей в мас. %: 50-51 карбоната церия; 27,0-27,5 нитрата аммония; 22-22,5 воды.

5

10

15

20

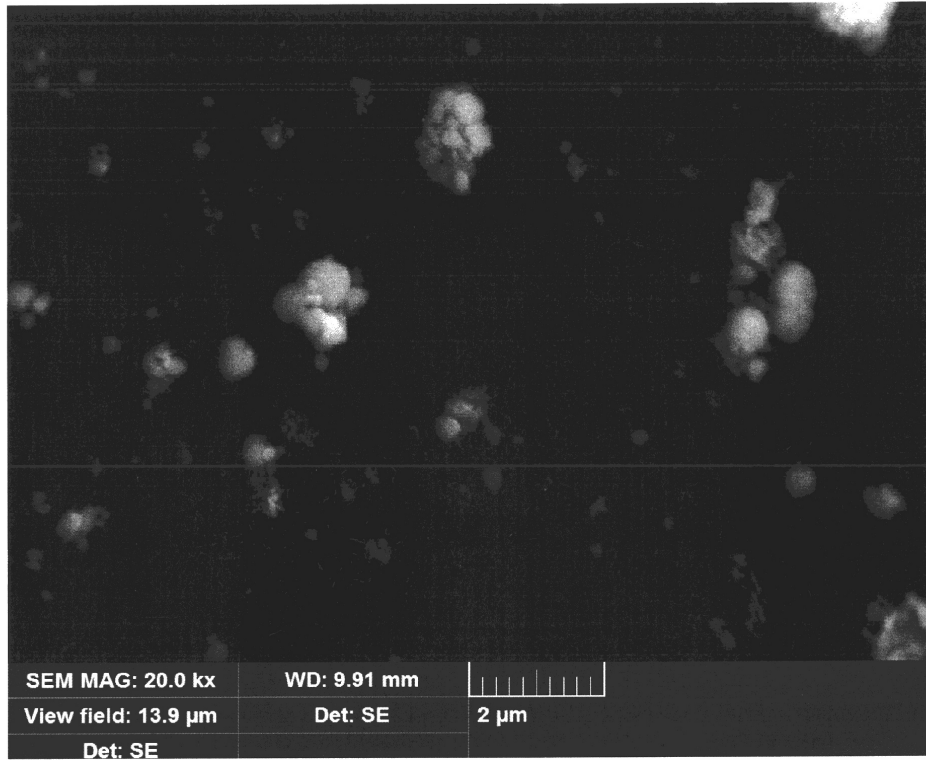
25

30

35

40

45



Фиг.1