



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

№

1274995

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Государственный комитет СССР по делам изобретений и открытий выдал настоящее авторское свидетельство на изобретение:
"Способ получения дигидрата трехзамещенного ортофосфата меди"

Автор (авторы): Щегров Леонид Николаевич, Копилевич Владимир Абрамович, Оралов Турабай Абдарахманович, Гафарова Альмира Файзрахмановна, Бекметова Нина Хусайновна и Фоменко Вениамин Васильевич

Заявитель: УКРАИНСКАЯ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ АКАДЕМИЯ И КАЗАХСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ФОСФОРНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Заявка № 3873280

Приоритет изобретения 26 марта 1985г.
Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений СССР

8 августа 1986г.
Действие авторского свидетельства распространяется на всю территорию Союза ССР.

Председатель Комитета

Начальник отдела



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1274995 A 1**

(5D) 4 C 01 B 25/26

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3873280/30-26

(22) 26.03.85

(46) 07.12.86. Бюл. № 45

(71) Украинская ордена Трудового
Красного Знамени сельскохозяйствен-
ная академия и Казахский научно-
исследовательский институт фосфор-
ной промышленности

(72) Л.Н. Щегров, В.А. Копилевич,
Т.А. Оралов, А.Ф. Гафарова, Н.Х. Бек-
метова и В.В. Фоменко

(53) 661.856.455(088.8)

(56) ТУ 6-09-2727-73.

Авторское свидетельство СССР
№ 823278, кл. C 01 B 25/26, 1975.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИГИДРАТА
ТРЕХЗАМЕЩЕННОГО ОРТОФОСФАТА МЕДИ

(57) Изобретение относится к тех-
нологии неорганических соединений
и позволяет увеличить выход дигид-
рата трехзамещенного ортофосфата
меди и упростить процесс его получе-
ния. В термостатируемом реакторе
осуществляют взаимодействие водной
суспензии карбоната меди при соотно-
шении $T:Ж=1:2,5-5,0$ с концентриро-
ванной ортофосфорной кислотой, взя-
той в количестве 101-103% от стехио-
метрии при 70-75°C в течение 1,5-
2 ч при перемешивании. После отделен-
ия маточного раствора получают оса-
док дигидрата трехзамещенного орто-
фосфата меди, который отделяют фильт-
рованием и сушат. Выход продукта 98-
99%. 1 з.п. ф-лы, 4 табл.

(19) **SU** (11) **1274995 A 1**

Изобретение относится к технологии получения реактивных солей ортофосфорной кислоты и может быть использовано в области получения катализаторов высокой степени селективности микроудобрений.

Цель изобретения - увеличение выхода продукта и сокращение энергозатрат.

Пример 1. В термостатированный при 75°C реактор наливают 200 мл дистиллированной воды, загружают 40,0 г основного карбоната меди (67,9% CuO) Т:Ж=1:5 и после перемешивания при работающей мешалке добавляют 25,1 г 87,8%-ной H₃PO₄ (101% от стехиометрии). Поддерживая постоянный уровень реагентов в реакторе, их перемешивают 2 ч. Маточный раствор отделяют фильтрованием, осадок промывают 100 мл холодной H₂O и сушат при 60°C в течение 7 ч.

Получают соль состава Cu_{3,02}(PO₄)₂ · 1,92 H₂O с выходом 99,1% по CuO и 99,0% по P₂O₅. По известному способу выход продукта 95,84%.

Пример 2. В термостатированный при 75°C реактор наливают 200 мл дистиллированной воды, загружают 40,0 г основного карбоната меди (67,9% CuO) Т:Ж=1:5 и после перемешивания при работающей мешалке добавляют 25,6 г 87,8%-ной H₃PO₄ (103% от стехиометрии). Поддерживая постоянный уровень реагентов в реакторе, их перемешивают 2 ч. Маточный раствор отделяют фильтрованием, осадок промывают 100 мл холодной H₂O и сушат при 60°C в течение 7 ч.

Получают соль состава Cu_{2,96}(PO₄)₂ · 2,10 H₂O с выходом 98,8% по CuO и 98,0% по P₂O₅.

Пример 3. В термостатированный при 75°C реактор наливают 100 мл дистиллированной воды, загружают 40,0 г основного карбоната меди (67,9% CuO) Т:Ж=1:2,5 и после перемешивания при работающей мешалке добавляют 25,1 г 87,8%-ной H₃PO₄ (101% от стехиометрии). Поддерживая постоянный уровень реагентов в реакторе, их перемешивают 2 ч. Маточный раствор отделяют фильтрованием, осадок промывают 100 мл холодной H₂O и сушат при 60°C в течение 7 ч.

Получают соль состава Cu_{3,02}(PO₄)₂ · 2,01 H₂O с выходом 98,8% по CuO и 98,5% по P₂O₅.

В табл. 1 представлена зависимость выхода и состава продукта от количества H₃PO₄ (Т:Ж=1:5. Температура 75°C, продолжительность реакции 2 ч).

В табл. 2 представлена зависимость состава продукта от соотношения Т:Ж при 75°C, количестве H₃PO₄ 101% от стехиометрии и продолжительности реакции 2 ч.

В табл. 3 представлена зависимость выхода и состава продукта от температуры синтеза при количестве H₃PO₄ 101% от стехиометрии, Т:Ж=1:5 и продолжительности реакции 2 ч.

В табл. 4 представлена зависимость выхода и состава продукта от продолжительности синтеза при 75°C, количестве H₃PO₄ 101% от стехиометрии, Т:Ж=1:5.

Из данных, приведенных в табл. 1-4, следует, что образование продукта заданного состава с содержанием отдельных ингредиентов в пределах Cu_{2,95-3,05}(PO₄)₂ · 1,90-2,10 H₂O достигается при ведении процесса взаимодействия основного карбоната меди с концентрированной ортофосфорной кислотой в следующих режимах:

- 30 количество кислоты составляет 101-103% от стехиометрии в пересчете на 100%-ную кислоту, увеличение избытка кислоты с 103 до 105% приводит к образованию кислых солей с меньшим выходом, а снижение нормы H₃PO₄ менее 100% от стехиометрии способствует загрязнению соли основными фосфатами и неразложившимися исходными карбонатами меди (табл. 1); оптимальным массовым соотношением основного карбоната меди к воде (Т:Ж) в начале синтеза следует считать 1:(2,5-5,0), при котором достигается максимальный выход соли заданного состава (табл. 2);
- 40 наибольший выход чистой соли Cu₃(P₄O₆) · 2H₂O достигается при 70-75°C, при понижении температуры скорость разложения карбонатов резко замедляется, а при повышении образуются примеси основных фосфатов меди (табл. 3);
- 50 необходимо устранить стадию термообработки тригидрата трехзамещенного ортофосфата меди; продолжительность

синтеза дигидрата трехзамещенного ортофосфата меди составляет 1,5-2 ч, увеличение длительности процесса на этой стадии приводит к образованию значительных количеств основной соли, а уменьшение не обеспечивает полноту реакции (табл. 4).

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ получения дигидрата трехзамещенного ортофосфата меди, включающий взаимодействие соли меди с фосфорной кислотой с последующим выделением продукта, отлича-

ющийся тем, что, с целью повышения выхода продукта и сокращения энергозатрат, на взаимодействие подают концентрированную фосфорную кислоту в количестве 101-103% от стехиометрии и процесс ведут при 70-75°C.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что при взаимодействии с фосфорной кислотой используют водную суспензию основного карбоната меди при массовом соотношении Т:Ж, равном 1:(2,5-5,0), и процесс взаимодействия ведут в течение 1,5-2 ч.

Т а б л и ц а 1

Количество H_3PO_4 , в % по стехиометрии (в пересчете на 100%-ную H_3PO_4)	Готовый продукт	Выход соли, %	
		по CuO	по P_2O_5
97	$Cu_{3,50} (PO_4)_2 \cdot 1,76 H_2O$ $\times 0,005 \cdot CuCO_3$	96,5	97,0
100	$Cu_{3,42} (PO_4)_2 \cdot 2,05 H_2O$	98,3	98,1
101	$Cu_{3,02} (PO_4)_2 \cdot 1,92 H_2O$	99,1	99,0
103	$Cu_{2,96} (PO_4)_2 \cdot 2,10 H_2O$	98,8	98,0
105	$Cu_{2,89} (PO_4)_2 \cdot 2,25 H_2O$	96,0	94,5
108	$Cu_{2,68} (PO_4)_2 \cdot 2,67 H_2O$	91,0	90,0

Т а б л и ц а 2

Т:Ж	Готовый продукт	Выход соли, %	
		по CuO	по P_2O_5
1:10	Продукт содержит неразложившиеся карбонаты (>0,2%)	-	-
1:7,5	Продукт содержит неразложившиеся карбонаты (~0,05%)	98,2	98,2
1:5	$Cu_{3,02} (PO_4)_2 \cdot 1,92 H_2O$	99,1	99,0
1:2,5	$Cu_{3,02} (PO_4)_2 \cdot 2,01 H_2O$	98,8	98,5
1:1,5	$Cu_{3,13} (PO_4)_2 \cdot 1,81 H_2O$	98,0	98,1

Т а б л и ц а 3

Темпе- ратура синтеза, °C	Готовый продукт	Выход соли, %	
		по CuO	по P ₂ O ₅
60	Продукт содержит не- разложившиеся карбона- ты (>0,5%)	-	-
65	Продукт содержит не- разложившиеся карбона- ты (~0,05%)	-	-
70	Cu _{3,03} (PO ₄) ₂ · 1,92 H ₂ O	98,4	97,0
75	Cu _{3,02} (PO ₄) ₂ · 1,92 H ₂ O	99,1	99,0
80	Cu _{3,25} (PO ₄) ₂ · 1,65 H ₂ O	97,0	97,0
90	Cu _{3,76} (PO ₄) ₂ · 1,07 H ₂ O	-	-

Т а б л и ц а 4

Продолжи- тельность реакции, ч	Готовый продукт	Выход соли	
		по Cu	по P ₂ O ₅
1,0	Продукт содержит не- разложившиеся карбо- наты (>0,6%)	-	-
1,5	Cu _{3,04} (PO ₄) ₂ · 2,07 H ₂ O	98,3	97,1
2,0	Cu _{3,02} (PO ₄) ₂ · 1,92 H ₂ O	99,1	99,0
2,5	Cu _{3,13} (PO ₄) ₂ · 1,81 H ₂ O	98,9	98,7
3,0	Cu _{3,41} (PO ₄) ₂ · 1,35 H ₂ O	96,0	95,1
4,0	Cu _{3,78} (PO ₄) ₂ · 1,18 H ₂ O	94,3	93,0

Составитель Г. Митропольская
 Редактор Е. Папп Техред И. Верес Корректор И. Эрдейи

Заказ 6531/19 Тираж 450 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
 по делам изобретений и открытий
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4