



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

№

1474083

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

Автор (авторы): Копилевич Владимир Абрамович, Щегров
Леонид Николаевич, Воложин Леонид Матвеевич, Гафарова
Альмира Файзрахмановна, Бекметова Нина Хусаиновна и
Фоменко Вениамин Васильевич

Заявитель: УКРАИНСКАЯ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ АКАДЕМИЯ И
КАЗАХСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ
ИНСТИТУТ ФОСФОРНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Заявка №

4131708

Приоритет изобретения

8 октября 1986г.

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений СССР

22 декабря 1988г.

Действие авторского свидетельства распро-
страняется на всю территорию Союза ССР.

Председатель Комитета

[Signature]

Начальник отдела

[Signature]



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4131708/23-26

(22) 08.10.86

(46) 23.04.89. Бюл. № 15

(71) Украинская сельскохозяйственная академия и Казахский научно-исследовательский и проектный институт фосфорной промышленности

(72) В.А.Копилевич, Л.Н.Щегров, Л.М.Воложин, А.Ф.Гафарова, Н.Х.Бекметова и В.В.Фоменко

(53) 661.871.45(088.8)

(56) Патент Японии № 56-26708, кл. C 01 B 25/37, опублик. 1981.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИГИДРОФОСФАТА МАРГАНЦА ДИГИДРАТА

(57) Изобретение относится к способу получения фосфатов марганца, которые

применяются в качестве химических реактивов, катализаторов высокой степени селективности и т.д. Целью изобретения является повышение выхода и качества дигидрофосфата марганца дигидрата. Дигидрофосфат марганца получают обработкой свежесажженного гидроксокарбоната марганца фосфорной кислотой концентрацией 50-80% при расходе 100-102,5% от стехиометрии с образованием суспензии, которую упаривают до выделения кристаллов продуктов. Получают фосфат марганца реактивной частоты с содержанием основного вещества 95,8-100%, выход продукта по P_2O_5 99,6-99,9, по MnO 97,5-100%. 1 табл.

1

Изобретение относится к способу получения фосфатов марганца, которые применяются в качестве химических реактивов, катализаторов высокой степени селективности и т.д.

Целью изобретения является повышение выхода и качества дигидрофосфата марганца дигидрата.

Пример 1. В реакторе при 60°C осаждают гидроксокарбонат марганца путем смешивания растворов соли марганца (хлорида, сульфата и т.д.) и гидрокарбоната натрия (10,0 г $MnSO_4 \cdot 5H_2O$ + 8,05 г $NaHCO_3$). Осадок охлаждают и промывают на фильтре или центрифуге холодной дистиллированной водой 3-4 раза, дозами по 25-50 мл. При комнатной темпера-

2

туре (20-30°C) к осадку небольшими порциями при постоянном перемешивании добавляют 11,5 г 70% H_3PO_4 (100% от стехиометрии). Реакционную массу продолжают перемешивать 2-3 ч до прекращения выделения CO_2 , а затем упаривают при 70°C в течение 12-13 ч, периодически перемешивая кристаллизующую пульпу. Нагревание прекращают после получения сухих кристаллов соли.

Получают соль состава $Mn_{1,00}(H_2PO_4)_2 \cdot x \cdot 1,90H_2O$ с выходом не менее 99,3% по MnO и 100% по P_2O_5 .

По известному способу фосфат марганца получают путем обработки свежесажженного карбоната марганца 70%-ной фосфорной кислотой при расхо-

де 100% от стехиометрии. Карбонат марганца получают из шлака производства ферромарганца растворением в серной кислоте, нейтрализацией щелочью до pH 6,0–8,5, отделением примесей фильтрованием. Маточник дважды упаривают с промежуточным отделением сульфата марганца, который затем растворяют в воде и переводят в карбонат действием соответствующей соли. Карбонат марганца после отделения от маточника растворяют в фосфорной кислоте и отделяют продукт от маточника. Выход продукта составляет 82,5%, содержание основного вещества 84,9%. В качестве примесей присутствуют гидрофосфат марганца (II) и соединения 3-х – 4-х-валентного марганца, которые появляются вследствие термохимических превращений в процессе получения карбоната марганца.

В таблице приведены данные о влиянии расхода и концентрации фосфорной кислоты на выход и состав продукта.

Из данных таблицы следует, что целесообразным расходом H_3PO_4 в реакции является 100–102,5% от стехиометрии. Такое количество кислоты обеспечивает получение соли заданного состава. Увеличение расхода кислоты сверх вышеуказанной приводит к снижению выхода конечного продукта по P_2O_5 и загрязнению его свобод-

ной H_3PO_4 . Уменьшение дозы кислоты ниже 100% от стехиометрии приводит к увеличению содержания марганца в соли, т.е. к загрязнению конечного продукта примесями гидрофосфата или среднего фосфата марганца.

Целесообразной концентрацией фосфорной кислоты является 50–80%. При концентрации более 80% молярное отношение MnO/P_2O_5 в продукте, выше 1,01, т.е. продукт обогащается марганцем за счет образования других фосфатов марганца. При концентрации менее 50% продукт содержит свободную фосфорную кислоту в качестве примеси.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения дигидрофосфата марганца дигидрата, включающий обработку свежесозданного карбонатсодержащего соединения марганца фосфорной кислотой при перемешивании с образованием суспензии и последующим отделением продукта, отличающийся тем, что, с целью повышения качества и выхода продукта, в качестве карбонатсодержащего соединения марганца берут его гидроксокарбонат, фосфорную кислоту для обработки 50–80%-ной концентрации при расходе 100–102,5% от стехиометрии и образовавшуюся суспензию упаривают до выделения кристаллов продукта.

Концентрация фосфорной кислоты, %	Расход H_3PO_4 , % от стехиометрии	Химическая формула продукта	Содержание, %		Выход продукта в % по компонентам	
			основного вещества	примесей	MnO	P_2O_5
80	99,0	$Mn_{1,09}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,22H_2O$			99,8	100
80	100,0	$Mn_{1,099}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,10H_2O$			99,4	100
80	102,5	$Mn_{1,094}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,13H_2O$			99,5	97,5
80	105,0	$Mn_{1,093}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,06H_2O$			99,6	95,0
70	97,5	$Mn_{1,15}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,19H_2O$	79,8	20,2	99,7	100
70	99,0	$Mn_{1,11}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,21H_2O$	84,9	15,2	99,7	100
70	100,0	$Mn_{1,00}(H_2PO_4)_2 \cdot 1,90H_2O$	100,0	0,0	99,6	100
70	101	$Mn_{1,099}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,04H_2O$	99,3	0,7	99,8	100
70	102,5	$Mn_{1,094}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,08H_2O$	95,8	4,2	99,9	97,5
70	105,0	$Mn_{1,092}(H_2PO_4)_2 \cdot 1,96H_2O$	94,5	5,7	99,9	95,0
50	99,0	$Mn_{1,15}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,19H_2O$			99,3	100
50	100,0	$Mn_{1,098}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,00H_2O$			99,7	100

Продолжение таблицы

Концентрация фосфорной кислоты, %	Расход H_3PO_4 , % от стехиометрии	Химическая формула продукта	Содержание, %		Выход продукта в % по компонентам	
			основного вещества	примесей	MnO	P ₂ O ₅
50	102,5	$Mn_{0,96}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,07H_2O$			99,3	97,5
50	105,0	$Mn_{0,94}(H_2PO_4)_2 \cdot 2,07H_2O$			99,8	95,0

Редактор Г. Волкова Составитель Г. Целищев Техред Л. Сердюкова Корректор М. Васильева

Заказ 1832/18 Тираж 435 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101