



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ
АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

№ 1414776

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

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

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

Заявка № 4067306 Приоритет изобретения 13 мая 1986г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений СССР

8 апреля 1988г.

Действие авторского свидетельства распространяется на всю территорию Союза ССР.

Председатель Комитета

Начальник отдела



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1414776 A1

(51)4 C 01 B 25/26

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4067306/23-26

(22) 13.05.86

(46) 07.08.88. Бюл. № 29

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

(72) Л.Н. Щегров, В.А. Копилевич, Т.А. Оралов, А.Ф. Гафарова, Н.Х. Бекметова и В.Б. Фоменко

(53) 661.856(088.8)

(56) Патент ФРГ № 3342292,

кл. С 01 В 25/37, опублик. 1985.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГИДРОКСОФОСФАТА МЕДИ

(57) Изобретение относится к технологии получения реактивных солей ортофосфорной кислоты, к способу получе-

ния фосфатов меди, которые применяют в качестве химических реактивов, катализаторов высокой степени селективности, микроудобрений, термостойких покрытий, вяжущих компонентов в зубопротезной технике. Целью изобретения является повышение выхода продукта. Гидроксофосфат меди получают введением порошкообразного гидрокарбоната меди в кипящую фосфорную кислоту концентрации 5,7-8,4%, взятую в количестве 105-107% от стехиометрии. Взаимодействие осуществляют 4-5 ч, после чего осадок продукта отделяют от маточника. Продукт состава $\text{Cu}_{1,95-2,05}(\text{OH})_{0,90-1,10}\text{PO}_4$ получают с выходом 99-100% по CuO и 92-95% по P_2O_5 . 3 табл.

(19) SU (11) 1414776 A1

Изобретение относится к технологии реактивных солей ортофосфорной кислоты, в частности к способу получения фосфатов меди, которые применяют в качестве химических реактивов, катализаторов высокой степени селективности, микроудобрений, термостойких покрытий, вяжущих компонентов в зубопротезной технике.

Целью изобретения является повышение выхода продукта.

Пример 1. В реактор наливают 5,11 г 88,15%-ной H_3PO_4 , добавляют 50 мл дистиллированной H_2O (концентрация кислоты после разбавления 8,3%, доза 105% от стехиометрии) и нагревают при перемешивании до кипения. В кипящую кислоту вводят небольшими порциями 10 г порошкообразного гидроксокарбоната меди, содержащего 69,57% CuO . Перемешивают суспензию в течение 4 ч, поддерживая постоянные температуру и объем воды в реакторе. Твердый осадок отделяют от раствора, промывают 30-50 мл холодной дистиллированной воды и сушат при 60-80°C в течение 3-4 ч.

Получают соль состава $Cu_{2,01}(OH)_{1,01}PO_4$ с выходом 99,8% по Cu и 94,8% по P_2O_5 и 97,8% по массе от теоретического. По известному способу гидроксокарбонат меди получают обработкой стехиометрическим количеством фосфорной кислоты при 70°C порошкообразного гидроксокарбоната меди. Реакционную смесь кратковременно нагревают до температуры кипения и отделяют продукт. Выход продукта 94%.

Исходя из точности методов анализа, предусмотренных техническими условиями на медь фосфорнокислую основную, состав индивидуального гидроксофосфата меди может соответствовать усредненной формуле Cu_2OHPO_4 в определенном интервале колебания отдельных ингредиентов. По расчетам и экспериментальным данным рентгенофазового анализа эти колебания допустимы в пределах $4+0,10Cu \cdot P_2O_5 \times 1 \pm 0,10H_2O$ или $Cu_{1,95-2,05}(OH)_{0,90-1,10}PO_4$.

Для получения соли указанного состава согласно предлагаемому способу необходимо вводить порошкообразный гидроксокарбонат меди в кипящую H_3PO_4 , а не наоборот. При этом соль заданного состава образуется при норме H_3PO_4 105-107% от стехиометрии. Понижение нормы не обеспечивает полноты разло-

жения исходных карбонатов, а повышение приводит к образованию примесей кристаллогидрата среднего фосфата меди.

Влияние порядка смешивания реагентов на выход продуктов синтеза приведено в табл. 1.

Влияние концентрации раствора H_3PO_4 на выходе продуктов синтеза при продолжительности реакции 4 ч приведено в табл. 2.

Чистота синтезируемого гидроксофосфата меди обеспечивается при использовании раствора фосфорной кислоты концентрацией 5,7-8,4% (табл. 2). В реакции с более разбавленной кислотой (4,9%-ной) полнота разложения исходного карбоната меди не достигается, и он загрязняет конечный продукт синтеза. При повышении концентрации кислоты до 10% наблюдается ухудшение качества продукта за счет изменения соотношения между CuO , P_2O_5 , H_2O в его составе (примесь среднего фосфата меди).

Влияние продолжительности реакции на выход продуктов синтеза приведено в табл. 3.

Как видно из табл. 3, наиболее оптимальной продолжительностью синтеза кондиционного продукта является 4-5 ч. При уменьшении продолжительности процесса до 3 ч реакция разложения карбонатов может не завершиться. Увеличение продолжительности реакции нецелесообразно, так как после 4 ч синтеза состав конечных продуктов практически не изменяется.

Использование предлагаемого способа получения гидроксофосфата меди обеспечивает по сравнению с известным сокращение полного цикла получения соли с 20-24 до 8 ч, повышение выхода конечного продукта не менее чем на 17%, повышение качества продукта, т.е. большее его соответствие формуле, и экономию энергоресурсов и затрат за счет большей эффективности способа.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения гидроксофосфата меди, включающий обработку фосфорной кислоты при нагревании и перемешивании порошкообразным гидроксокарбонатом меди, отделение продукта от

маточника с последующей сушкой, о т-
л и ч а ю щ и й с я тем, что, с
целью повышения выхода продукта, гид-
роксокарбонат меди вводят в кипящую

фосфорную кислоту концентрации 5,7-
8,4%, взятую в количестве 105-107%
от стехиометрии, и обработку ведут
4 - 5 ч.

Т а б л и ц а 1

Способ	Исходный реагент в реакторе	Добавляемый реагент	Продол- тель- ность син- теза, ч	Норма H_3PO_4 , от сте- хиомет- рии	Выход соли, % от теоре- тически рас- считанного количества $Cu_2(OH)PO_4$
ТУ 6-09-01- -346-76	Суспензия $Cu(OH)_2 \cdot CuCO_3 \cdot nH_2O$	H_3PO_4 27%-ная	20	120	90,5
Предлагаемый					
1	Суспензия $Cu(OH)_2 \cdot CuCO_3 \cdot nH_2O$	H_3PO_4 6,9%-ная	4	120	Продукт за- грязнен кар- бонатами
2	Суспензия $Cu(OH)_2 \cdot CuCO_3 \cdot nH_2O$	H_3PO_4 7,3%-ная	4	134	Продукт за- грязнен кар- бонатами
3	Суспензия $Cu(OH)_2 \cdot CuCO_3 \cdot nH_2O$	H_3PO_4 7,3%-ная	8	134	То же
4	H_3PO_4 5,7%-ная	$Cu(OH)_2 \cdot CuCO_3$ (порошкообраз- ный)	4	120	90,5
5	H_3PO_4 5,7%-ная	$Cu(OH)_2 \cdot CuCO_3$ (порошкообраз- ный)	4	110	94,7
6	H_3PO_4 5,8%-ная	$Cu(OH)_2 \cdot CuCO_3$ (порошкообраз- ный)	4	107	96,3
7	H_3PO_4 5,7%-ная	$Cu(OH)_2 \cdot CuCO_3$ (порошкообраз- ный)	4	105	97,3
8	H_3PO_4 5,7%-ная	$Cu(OH)_2 \cdot CuCO_3$ (порошкообраз- ный)	4	103,5	Продукт за- грязнен кар- бонатами
9	H_3PO_4 5,7%-ная	$Cu(OH)_2 \cdot CuCO_3$ (порошкообраз- ный)	4	102	То же
Известный	Суспензия $Cu(OH)_2 \cdot CuCO_3 \cdot nH_2O$	H_3PO_4 85%-ная	Около 2-3	105	94,0

Т а б л и ц а 2

Способ	Норма H_3PO_4 , % от стехиометрии	Концентрация, раствора H_3PO_4 , %	Выход соли, % от теоретически рассчитанного количества Cu_2OHPO_4	Содержание основного вещества в продукте синтеза, %
ТУ 6-09-01-346-76	120	27,6	90,5	83,4
Предлагаемый				
1	107	4,9	Продукт загрязнен карбонатами	
2	107	5,8	96,3	93,5
3	107	8,4	97,1	96,8
4	107	10,1	94,7	86,8
5	105	4,9	Продукт загрязнен карбонатами	
6	105	5,7	97,3	95,2
7	105	8,3	98,9	98,6
8	105	10,0	Продукт загрязнен карбонатами	
9	102	5,7	То же	
10	102	8,0	103,4	86,5
11	110	5,7	94,0	88,5
12	110	8,0	93,1	83,4
Известный	105	85,0	94,0	86-88 (расч.)

Т а б л и ц а 3

Способ	Норма H_3PO_4 , % от стехиометрии	Концентрация H_3PO_4 , %	Продолжительность синтеза, ч	Выход соли, % от теоретически рассчитанного количества Cu_2OHPO_4	Содержание основного вещества в продукте синтеза, %
1	2	3	4	5	6
1*	120	27	20	90,5	83,4
2**	120	27	4	Продукт загрязнен карбонатами	
Предлагаемый					
3	105	5,7	2	То же	
4	105	5,7	3	97,7	96,8
5	105	5,7	4	97,3	95,2
6	105	5,7	5	97,3	95,2
7	105	8,3	2	Продукт загрязнен карбонатами	
8	105	8,3	3	То же	

Продолжение табл.3

1	2	3	4	5	6
9	105	8,3	4	98,9	98,6
10	105	8,3	5	98,9	98,6
11	107	5,8	2	Продукт загрязнен карбонатами	
12	107	5,8	3	То же	
13	107	5,8	4	96,3	93,5
14	107	5,8	5	95,9	91,9
15	107	8,4	2	Продукт загрязнен карбонатами	
16	107	8,4	3	То же	
17	107	8,4	4	97,1	96,8
18	107	8,4	5	97,1	96,8
Известный	105	8,5	2-3	94,0	86-88

* Способ по ТУ 6-09-01-346-76.

** Способ смоделирован по ТУ 6-09-01-346-76.

Составитель Г.Целищев

Редактор Н.Гулько

Техред Л.Сердюкова

Корректор С.Черни

Заказ 3837/23

Тираж 446

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