

Союз Советских  
Социалистических  
Республик



Государственный комитет  
Совета Министров СССР  
по делам изобретений  
и открытий

ВАШ  
Библиотека ИБА

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 512171

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 17.10.74 (21) 2067848/26

с присоединенным заявками № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 30.04.76. Бюллетень № 16

Дата опубликования описания 15.06.76

(51) М. Кл.<sup>3</sup> С 01В 25,26

(53) УДК 661.635(088.8)

(72) Авторы  
изобретения

М. И. Кузьменков, В. В. Печковский и С. П. Мартынич

(71) Заявитель

Белорусский технологический институт им. С. М. Кирова

### (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МОНОФТОРФОСФАТОВ ЩЕЛОЧНЫХ И ЩЕЛОЧНОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ

1

Изобретение относится к способу получения фторфосфатов щелочных и щелочноземельных металлов, которые используют в качестве шихтных компонентов при производстве активных элементов оптических генераторов.

Известен способ получения монофторфосфатов щелочных и щелочноземельных металлов путем взаимодействия метафосфатов этих металлов с фторидами при температуре 600—750°C в закрытом сосуде в атмосфере инертного газа. Продукт получают в виде плава, который для дальнейшего использования дробят. Однако этот способ сложен, требует для своего осуществления сложное оборудование и нагревания до высокой температуры, конечный продукт относительно дорог (до 11,215 руб. за 1 кг), к тому же содержание основного вещества в нем не превышает 80%.

С целью упрощения способа, повышения качества и удешевления продукта, предложено в качестве фосфорсодержащего соединения использовать фосфорную кислоту концентрацией 86—87%, которую смешивают с минеральной солью щелочного или щелочноземельного металла, сушат полученную смесь при 90—105°C, предпочтительно 100°C, после чего добавляют фторсодержащее соединение, в качестве которого используют, например, фторид аммония и нагревание ведут при 250—310°C, предпочтительно при 270—300°C.

2

В качестве фторсодержащего соединения можно использовать также фтористоводородную кислоту.

Предложенный способ позволяет снизить температуру процесса до 250—310°C, исключить из процесса инертный газ, сложное оборудование и операции дробления продукта, снизить стоимость продукта до 4,93 руб за 1 кг, повысить содержание основного вещества до 98—99%.

Пример 1. К 10,6 г карбоната натрия добавляют 5,7 мл 86,75%-ной фосфорной кислоты. Полученную смесь подсушивают при 100°C в течение 1 час. После этого смесь охлаждают и добавляют к ней 3,7 г фтористого аммония. Полученную шихту прокаливают в печи при 270—300°C. Полученный продукт (монофторфосфат натрия) содержит 98—99% основного вещества.

Пример 2. В фарфоровую емкость загружают 15,34 г карбоната бария (в пересчете на окись бария) квалификации «ч». Осторожно небольшими порциями приливают реактивную фосфорную кислоту (86,75%) в количестве 5,7 мл по стехиометрии при тщательном перемешивании реакционной массы. Полученную влажную смесь подсушивают при 100°C в течение 30 миң в сушильном шкафу до упаривания влаги. Смесь охлаждают и затем к ней добавляют фтористоводородную

кислоту в количестве 4 мл. Реакционную массу затем нагревают в печи до 250—300°C, охлаждают и измельчают. При этом образуется монофторфосфат бария в виде белого тонкодисперсного порошка, который идентифицирован с помощью ИК-спектроскопического и рентгенофазового методов анализа.

#### Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ получения монофторфосфатов щелочных и щелочноземельных металлов путем взаимодействия фосфорсодержащих соединений с фторсодержащими соединениями при нагревании, отличающийся тем,

что, с целью упрощения способа, повышения качества и удешевления продукта, в качестве фосфорсодержащего соединения используют фосфорную кислоту концентрацией 86—87%, которую смешивают с минеральной солью щелочного или щелочноземельного металла, сушат полученную смесь при 90—105°C, предпочтительно 100°C, после чего добавляют фторсодержащее соединение, в качестве которого используют, например, фторид аммония, а нагревание ведут при 250—310°C, предпочтительно при 270—300°C.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве фторсодержащего соединения используют фтористоводородную кислоту.

Составитель Н. Кириленко

Редактор Т. Пилипенко

Техред З. Тараненко

Корректор О. Тюрина

Заказ 1318/10

Изд. № 1322

Тираж 630

Подписное

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

Типография, пр. Сапунова, 2