

ПОЛУЧЕНИЕ ФОСФАТА БОРА

Фосфат бора находит применение в химической промышленности как катализатор, как составная часть некоторых видов стекла и керамики (фарфора, высоковольтных изоляторов), а также как реактив в лабораторной практике. Фосфат бора отличается значительно меньшей по сравнению с составляющими компонентами (B_2O_3 и P_2O_5) летучестью до температур порядка $1450^\circ C$, что повышает возможности контроля состава синтезируемых борофосфорсодержащих стекол.

Методы, используемые для получения фосфата бора, разнообразны. Известны примеры синтеза фосфата бора с использованием в качестве исходных веществ органических производных бора и фосфора. Описаны способы получения фосфата бора, включающие выпаривание смеси реагентов с последующей кристаллизацией при высокотемпературной обработке, при воздействии микроволнового излучения и в гидротермальных условиях [1, 2].

Целью нашей работы было определение характеристик фосфата бора, синтезированного в гидротермальных условиях [1]. Исходную смесь реагентов во фторопластовом вкладыше со степенью заполнения 40-60 % помещали в стальной автоклав и выдерживали при заданной температуре в воздушном термостате.

После окончания опыта полученную суспензию фильтровали и промывали водой под вакуумом, сушили при $110-120^\circ C$ и определяли растворимость полученной твердой фазы в горячей воде. Условия и результаты проведения гидротермального синтеза представлены в таблице. Изучение взаимодействия смесей исходных реагентов с мольными отношениями от 1,0 до 2,0 в гидротермальных условиях в интервале температур $100-300^\circ C$ показало, что степень взаимодействия по борсодержащему реагенту возрастает с увеличением мольного отношения P_2O_5/B_2O_3 , температуры автоклавирования и суммарного содержания оксидов бора и фосфора в исходной смеси (таблица).

Пробы продукта, нерастворимого в горячей воде, анализировали на содержание P_2O_5 и B_2O_3 . Рентгенофазовый анализ указанной пробы проводился на рентгеновском дифрактометре D8 ADVANCE Brucker AXS (Германия). Излучение – CuK_α . Идентификация кристаллических фаз проводилась с использованием международной картотеки Joint Comitee on Powder Diffraction Standart. ИК-спектры поглощения в области $4000\text{ см}^{-1} - 400\text{ см}^{-1}$ снимались на ИК-Фурье спектрометре NEXUS E.S.P. (США).

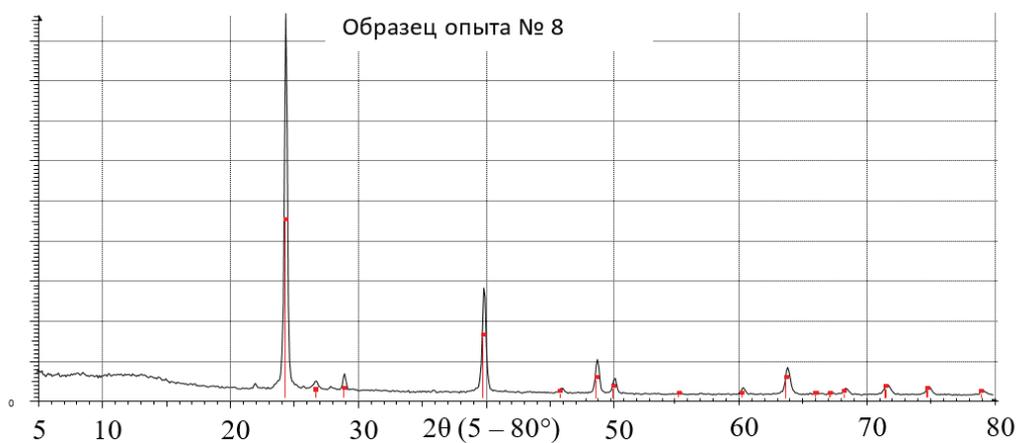
По результатам химического анализа нерастворимые в воде образцы содержат 66,03–67,0 % мас. P_2O_5 и 32,47–33,96 % мас. B_2O_3 . Величина мольного отношения P_2O_5 / B_2O_3 (0,97–1,002) близка к стехиометрической для фосфата бора. Пики дифрактограммы (рис.1) нерастворимого продукта соответствуют фосфату бора с тетрагональной кристаллической структурой (JCPDS карта № 34-132), причем последующее прокаливание при температурах в интервале 300–1000°C не изменяет абсолютной интенсивности и положения пиков на дифрактограммах. ИК-спектр фосфата бора (рис. 2) также хорошо соответствует данным для ИК-спектра ортофосфата бора. Потеря веса при снятии термограммы до 900°C составила 0,2 %.

Таблица – Условия и результаты синтеза в гидротермальных условиях

№ п/п	Исходные реагенты	R	Т-ра, °С	α , %	Растворимость горячей воде
1	$H_3PO_4 + H_3BO_3$	1,0	100	56,8	растворим
2	$H_3PO_4 + H_3BO_3$	1,0	150	64,9	растворим
3	$H_3PO_4 + H_3BO_3$	1,0	200	69,5	растворим
4	$H_3PO_4 + H_3BO_3$	1,0	250	72,3	растворим
5	$H_3PO_4 + H_3BO_3$	1,5	100	87,5	растворим
6	$H_3PO_4 + H_3BO_3$	1,5	150	88,5	растворим
7	$H_3PO_4 + H_3BO_3$	1,5	200	100	растворим
8, 9	$H_3PO_4 + H_3BO_3$	1,5	250 - 300	100	нерастворим
10	$H_3PO_4 + H_3BO_3$	2,0	100	87,5	растворим
11	$H_3PO_4 + H_3BO_3$	2,0	150	88,5	растворим
12-14	$H_3PO_4 + H_3BO_3$	2,0	200 - 300	100	нерастворим
15-18	$H_3PO_4 + B_2O_{3ст}$	1,5	150 - 300	100	нерастворим
19-22	$H_3PO_4 + B_2O_{3ст}$	2,0	150 - 300	100	нерастворим
23-26	$H_4P_2O_7 + H_3BO_3$	2,0	150 - 300	100	нерастворим

Примечание. R – мольное отношение реагентов в исходной смеси в пересчете на P_2O_5 / B_2O_3 . α – степень взаимодействия исходных реагентов по борсодержащему реагенту.

Таким образом, гидротермальный способ [1] позволяет исключить стадию прокалики и при относительно невысоких температурах получать перспективный технически важный материал – нерастворимый в воде кристаллический (тетрагональный) фосфат бора стехиометрического состава.



Дифрактограммы: образца фосфата бора;
 ■ - стандартного образца по карте 034-0132

**Рисунок 1 – Дифрактограмма нерастворимого
 в воде продукта**

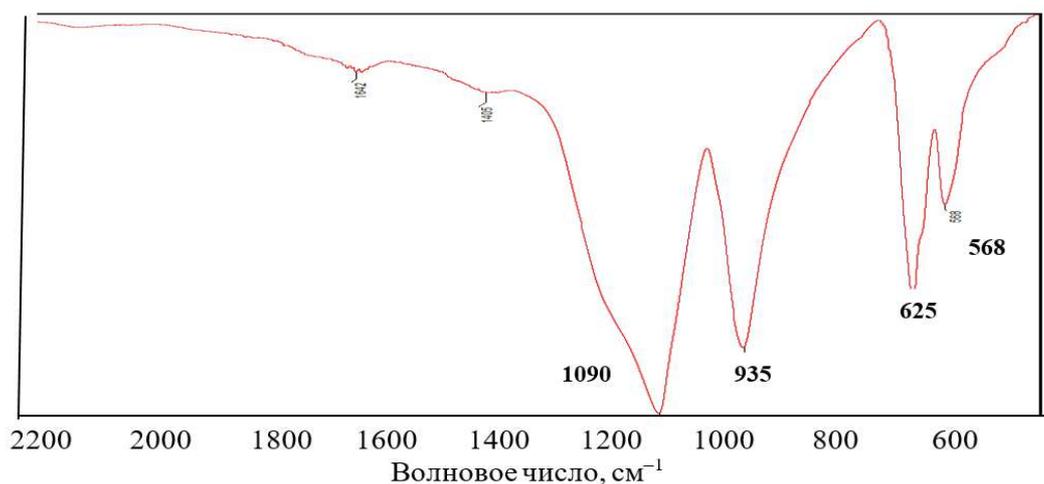


Рисунок 1 – ИК-спектр ортофосфата бора

ЛИТЕРАТУРА

1. Патент SU 882924 А1. Способ получения фосфата бора. МПК С01В25/26 // В.В. Печковский, Г.Ф. Пинаев, Е.В. Габалов и др.; заявитель: Белорусский технологический институт; заявл. 17.03.1980; опубл. 03.11.1981 // Бюллетень изобретений и открытий. – № 43 (1981).

2. Baykal A. Hydrothermal and Microwave Synthesis of Boron Phosphate, BPO_4 / A. Baykal et al., //Turk. J. Chem.-25 (2001). – P. 425–432.