



Государственный комитет  
СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 17.03.80 (21) 2911263/23-26

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 23.11.81, Бюллетень № 43

Дата опубликования описания 23.11.81

(11) 882924

(51) М. Кл.<sup>3</sup>

С 01 В 25/26

(53) УДК 661.635  
(088.8)

(72) Авторы  
изобретения

В.В.Печковский, Г.Ф.Пинаев, Е.В.Габалов  
и Л.В.Горностаева

(71) Заявитель

Белорусский технологический институт им. С.М.Кирова

СССРСОЮЗСТРАНА

13

ПАТЕНТНО-  
ТЕХНИЧЕСКИЙ  
БЮРО

### (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФОСФАТА БОРА

1

Изобретение относится к способам получения фосфата бора, который находит применение в химической промышленности как катализатор, как составная часть некоторых видов стекла и керамики, как реактив в лабораторной практике.

Известен способ получения фосфата бора путем взаимодействия эквивалентных количеств борной и концентрированной фосфорной кислот при нагревании до 80-100°C. Образовавшуюся аморфную массу прокалывают при 1050-1300°C до получения кристаллического вещества с содержанием фосфат-иона 89-91 мас. %, а бора 9-11 мас. %, т.е. атомное отношение бора к фосфору не постоянно [1].

Недостатком его является широкий интервал колебаний содержания фосфат-иона, бора и их атомное отношение изменяется в пределах от 0,893 до 1,2.

Известен также способ получения постоянного по составу, близкого к стехиометрическому, фосфата бора путем взаимодействия кристаллической борной кислоты с концентрированной фосфорной кислотой при нагревании.

2

Этот способ включает измельчение кристаллической борной кислоты до размера частиц, меньших 200 меш.; перемешивание фосфорной кислоты с водой; добавление к смеси измельченной кристаллической борной кислоты; перемешивание в высокооборотном турбомиксере или коллоидной мельнице; добавление еще воды и перемешивание до кремообразной пасты при 80-90°C; сушка суспензии на противнях до образования твердой ломкой массы при 120-130°C в течение сут; прокалка аморфного продукта при 1050-1300°C до получения труднорастворимого в воде кристаллического фосфата бора.

Исходные реагенты необходимо брать в строго эквимолярных количествах, в случае отклонения от этого требования получаемый фосфат бора не имеет строго стехиометрический состав [2].

Недостатками известного способа являются сложность процесса, обусловленная его многостадийностью, и продолжительность процесса - 28 ч. Кроме того, необходимо брать строго эквимолярные количества борной и фосфорных кислот, что требует тщательного анализа.

5

10

15

20

25

30

Цель изобретения - упрощение и сокращение продолжительности процесса.

Поставленная цель достигается способом получения фосфата бора, заключающимся во взаимодействии борсодержащего компонента - борной кислоты или борного ангидрида с концентрированной фосфорной кислотой, которые берут в мольном соотношении фосфорного ангидрида к борному ангидриду, равном 1,5-2,0:1, взаимодействие ведут в гидротермальных условиях при 200-300°C и давлении насыщенных паров 5-30 атм с последующей сушкой продукта.

При введении фосфорной кислоты, взятой в мольном соотношении фосфорного ангидрида к борному ангидриду менее 1,5, при температуре автоклавирования 250°C не весь введенный борсодержащий реагент вступает в реакцию и при этом после отмычки фосфорной кислоты полученный продукт содержит примесь труднорастворимого борного ангидрида, нарушающего стехиометрический состав продукта и поставленная цель не достигается.

При введении фосфорной кислоты, взятой в мольном соотношении фосфорного ангидрида к борному более 2,0 образуется стехиометрический кристаллический продукт, однако использовать такое соотношение фосфорной кислоты и борсодержащего реагента нецелесообразно, так как поставленная цель уже достигнута, а избыточная фосфорная кислота должна отмыкаться и ее избыток в данном случае удорожает продукт.

При введении гидротермального синтеза при 200°C образуется фосфат бора стехиометрического состава, но значительно увеличивается продолжительность процесса и снижается выход продукта. Поэтому ведение гидротермального синтеза при температуре ниже 200°C нецелесообразно.

При ведении гидротермального синтеза при 300°C в течение 2 ч образуется кристаллический фосфат бора стехиометрического состава с выходом равным 97% от теоретического. Поэтому ведение гидротермального синтеза при температуре выше 300°C нецелесообразно.

Возможно использование в качестве борсодержащего реагента также борного ангидрида, который представляет собой твердую стеклообразную массу, трудно поддающуюся измельчению, однако данная стадия в подготовке исходных компонентов не является необходимой. Борный ангидрид загружают в автоклав без измельчения.

**Пример 1.** Суспензию 14,83 г кристаллической борной кислоты и 15 мл 90%-ной фосфорной кислоты, что соответствует мольному соотношению

$P_2O_5 : B_2O_3 = 1,5$ , автоклавируют при 250°C в течение 3 ч, давление насыщенных паров  $P = 12,5$  атм. Полученный продукт отмыкают дистиллированной водой от избытка фосфорной кислоты (450 мл), лепешку продукта сушат при 110-120°C в течение 5 ч. Получают белый кристаллический труднорастворимый в воде порошок фосфата бора.

**10** Выход продукта 98% от теоретического. Продукт содержит 33,96 мас. %  $B_2O_3$  и 67 мас. %  $P_2O_5$ . Мольное соотношение  $P_2O_5 : B_2O_3$  равно 0,97.

**15** **Пример 2.** Суспензию 13,18 г кристаллической борной кислоты и 20 мл 90%-ной фосфорной кислоты, что соответствует мольному соотношению  $P_2O_5 : B_2O_3 = 2$ , автоклавируют при 300°C в течение 2 ч; давление насыщенных паров  $P = 30$  атм, отмыкают от избыточной фосфорной кислоты дистиллированной водой (750 мл), лепешку продукта сушат при комнатной температуре в течение сут или при 110-120°C в течение 5 ч.

**20** Получают белый кристаллический порошок фосфата бора стехиометрического состава. Выход продукта 97,0% от теоретического. Продукт содержит 33,12 мас. %  $B_2O_3$  и 66,32 мас. %  $P_2O_5$ . Мольное соотношение  $P_2O_5 : B_2O_3 = 1,002$ .

**25** **Пример 3.** Суспензию 8,48 г стеклообразного борного ангидрида и 15 мл 90%-ной фосфорной кислоты, что соответствует мольному соотношению  $P_2O_5 : B_2O_3 = 1,5$ , автоклавируют при 200°C в течение 5 ч; давление насыщенных паров = 5 атм.

**30** Полученный продукт отмыкают дистиллированной водой от избытка фосфорной кислоты, лепешку продукта сушат при 110-120°C в течение 3 ч. Получают белый кристаллический порошок фосфата бора. Выход продукта 94% от теоретического.

**35** Фосфат бора содержит 32,47 мас. %  $B_2O_3$  и 66,03 мас. %  $P_2O_5$ . Мольное соотношение  $P_2O_5 : B_2O_3 = 1,00$ .

**40** **Пример 4.** Суспензию 7,53 г стеклообразного борного ангидрида и 20 мл 80%-ной фосфорной кислоты, что соответствует мольному соотношению  $P_2O_5 : B_2O_3 = 2,0$ , автоклавируют при 250°C в течение 2 ч; давление насыщенных паров  $P = 17,5$  атм.

**45** Полученный продукт отмыкают дистиллированной водой от избытка фосфорной кислоты, лепешку продукта сушат при 110-120°C в течение 5 ч. Получают белый кристаллический порошок фосфата бора. Выход продукта 94% от теоретического. Фосфат бора содержит 33,21 мас. %  $B_2O_3$  и 66,51 мас. %  $P_2O_5$ .

**50** Мольное соотношение  $P_2O_5 : B_2O_3 = 0,98$ .

**55**

Мольное соотношение фосфорной кислоты и борсодержащего реагента может колебаться в пределах 1,5-2,0, не оказывая существенного влияния на состав конечного продукта.

Изобретение позволяет использовать в качестве борсодержащего компонента борный ангидрид, что способствует расширению ассортимента реагентов, применяющихся для получения кристаллического фосфата бора, а также упростить процесс за счет исключения стадий измельчения борной кислоты, перемешивания реагентов и прокаливания аморфного продукта. При этом продолжительность процесса сокращается до 11 ч.

Формула изобретения

1. Способ получения фосфата бора путем взаимодействия борсодержащего компонента с концентрированной фос-

форной кислотой при нагревании с последующей сушкой, отличающийся тем, что, с целью упрощения и сокращения продолжительности процесса, его ведут в гидротермальных условиях при 200-300°C и давлении насыщенных паров 5-30 атм.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что борсодержащий компонент и фосфорную кислоту берут в соотношении 1,5-2:1.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве борсодержащего компонента используют или борную кислоту или борный ангидрид.

Источники информации,

15 принятые во внимание при экспертизе

1. Бор фосфорнокислый квалификации 'ч'. ТУ 6-09-1035-71.

2. Патент Великобритании № 856332, кл. I (2) E, опублик. 1960

20 (прототип).

Редактор Н.Данкулич      Составитель В.Кириленко  
Техред Ж.Кастелевич      Корректор В.Бутяга

Заказ 10101/25

Тираж 508      Подписное  
ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
по делам изобретений и открытий  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

филиал ППП 'Патент', г. Ужгород, ул. Проектная, 4