

661
Г12

БЕЛОРУССКИЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
ИНСТИТУТ ИМЕНИ С.М.КИРОВА

661,8⁰061

На правах рукописи

ГАБАЛОВ ЕВГЕНИЙ ВИКТОРОВИЧ

ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ ПОРИСТЫХ ПРОДУКТОВ
СОДЕРЖАЩИХ В КАЧЕСТВЕ ОСНОВНЫХ КОМПОНЕНТОВ
 B_2O_3 , Al_2O_3 и P_2O_5

05.17.01 - технология неорганических веществ

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Минск 1982

+

Работа выполнена в Белорусском ордена Трудового Красного Знамени технологический институт имени С.М.Кирова

Научные руководители: доктор технических наук,
профессор ПЕЧКОВСКИЙ В.В.;
кандидат химических наук,
доцент ПИНАЕВ Г.Ф.

Официальные оппоненты: доктор технических наук,
профессор ШЕГРОВ Л.Н.;
кандидат технических наук,
доцент ТИТОВ В.П.

Ведущее предприятие - Уральский научно-исследовательский химический институт, г.Свердловск

Защита состоится 9 июня 1982 г. в 10 час. на заседании специализированного совета К-056.01.03 по присуждению ученой степени кандидата наук в Белорусском технологическом институте имени С.М.Кирова. 220630, г.Минск, ул.Свердлова, 13а

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке БТИ,
имени С.М.Кирова

Автореферат разослан 4 мая 1982 г.

Ученый секретарь специализированного совета, к.х.н., с.н.с.

ДВЮБА Е.Д.

Актуальность работы. В решении задач, поставленных XXVI съездом КПСС перед химической наукой и промышленностью, важное значение имеет создание химико-технологических процессов получения новых веществ и материалов.

Пористые продукты, содержащие оксиды бора, алюминия и фосфора, представляют интерес для промышленного применения в качестве катализаторов, носителей каталитически активных веществ и сорбентов, однако способы их получения и вопросы связи физико-химических и технологических свойств со способами получения изучены недостаточно. Отсутствуют методы получения продуктов с высокой удельной поверхностью при повышенных содержаниях B_2O_3 ; почти не исследовано влияние соотношения B_2O_3 , Al_2O_3 и P_2O_5 на характеристики получаемых продуктов, в том числе их каталитические свойства.

Настоящая работа является частью научно-исследовательских работ, которые выполнялись в соответствии с постановлением ГКНТ при Совете Министров СССР №212 от 12.05.77г. "Разработать способы получения фосфатов алюминия, железа, хрома с заданными физико-химическими свойствами и выдать данные для использования их в качестве катализаторов, сорбентов, носителей каталитически активных веществ". Данная работа выполнена в соответствии с планами Минвуза БССР и социально-экономического развития БССР на 1975-1980 гг.

Цель работы. Разработка способов получения пористых продуктов, содержащих в качестве основных компонентов B_2O_3 , Al_2O_3 и P_2O_5 , обладающих развитой удельной поверхностью, и определение возможности их использования в качестве катализаторов.

Научная новизна. Установлены закономерности и выделены области гелеобразования в системах $Al(NO_3)_3 - H_3BO_3 - CO(NH_2)_2 - H_2O$ (I) и $Al(NO_3)_3 - H_3BO_3 - H_3PO_4 - CO(NH_2)_2 - H_2O$ (II). Физико-химическими методами изучено влияние способа и условий получения гидрогелей на фазовые превращения и величину удельной поверхности продуктов их термической обработки. В указанных системах найдены условия получения гелей, обеспечивающие при их прокаливании ($300-800^\circ C$) получение продуктов с высокой удельной поверхностью ($400-800 м^2/г$). Показано, что введение борной кислоты тормозит образование кристаллических фаз в продуктах прокаливания гелей, что объясняется аморфизирующим действием оксида бора.

Найдены условия гидротермальной кристаллизации фосфата бора

63799р.

стехиометрического состава в системе $B_2O_3 - P_2O_5 - H_2O$.

Показано, что ряд синтезированных пористых продуктов обладает каталитической активностью в реакциях кислотно-основного типа.

Практическое значение. Разработаны способы получения бор-алюмооксидных и боралюмофосфатных продуктов с заданным содержанием оксида бора и развитой удельной поверхностью в широком интервале содержаний B_2O_3 (от 5 до 50% мас.). Предложена принципиальная технологическая схема их получения, опробованная на опытной установке. Испытания показали воспроизводимость способов в опытно-заводских условиях.

Разработан способ получения фосфата бора стехиометрического состава.

Полученные в диссертационной работе пористые бор-алюмооксидные и боралюмофосфатные продукты с заданным содержанием оксидов используются при подборе оптимальных составов катализаторов для конверсии циклогексанононима парофазным методом в ϵ -капролактам (ИФОХ АН БССР, Минск и ГПО "Азот", Гродно), окислительного дегидрирования этилбензола (АзИНЕФТЕХИМ, Баку) и алкилирования бензола (Краснодарский филиал ВНИИНЕФТЕХИМ, Краснодар).

Апробация работы. Основное содержание работы докладывалось и обсуждалось на У Всесоюзной конференции "Физико-химические исследования фосфатов" (Ленинград, 1981 г.), XII Всесоюзной научно-технической конференции по ТНВ и минудобрений (Чимкент, 1981 г.), IУ Республиканском научно-практическом семинаре "Катализ в химической промышленности Белоруссии" (Минск, 1981 г.), Республиканской межвузовской конференции молодых ученых-химиков (Минск, 1979 г.), 44-й и 45-й научно-технических конференциях БТИ имени С.М.Кирова (1979, 1980 гг.).

Публикации. По теме диссертации опубликовано 5 работ, включая статьи и тезисы докладов, и получено три авторских свидетельства СССР.

Структура и объем диссертационной работы. Работа изложена на 147 стр. машинописного текста; состоит из введения, пяти разделов с выводами, заключения, списка литературы, составляющего 168 наименований отечественных и зарубежных авторов, содержит 32 рис. и 25 таблиц и приложения.

В обзоре литературы рассматриваются области применения, ме-

тоды синтеза и характеристики пористых продуктов, включающих в качестве основных компонентов B_2O_3 , Al_2O_3 и P_2O_5 . На основании проведенного анализа и обобщения литературных данных были определены основные направления получения и исследования пористых продуктов, содержащих оксиды бора, алюминия и фосфора.

Исследование процессов соосаждения из растворов,
содержащих B_2O_3 , Al_2O_3 и P_2O_5

Бор-алюмогидроксидные продукты по методу осаждения были получены путем приливания водного раствора аммиака к раствору борной кислоты и нитрата алюминия (прямой порядок сливания растворов) или при замене порядка сливания на противоположный (серии Ia и Ib, табл. I), а также по методу гомогенного осаждения, которое проводили в присутствии мочевины при температуре 100–120°C в открытом сосуде и в колбе с обратным холодильником (серии 2a и 2б, табл. I).

Так как отмывка получаемых осадков водой от посторонних ионов ведет к потере оксида бора, их удаление вели прокаливанием осадков при 300–350°C в течение 5 часов.

Удельную поверхность ($S_{уд.}$) образцов определяли хроматографическим методом по тепловой десорбции аргона и упрощенным методом по низкотемпературной адсорбции воздуха на установке Клячко-Гурвича. Сорбционные свойства бор-алюмооксидных продуктов по отношению к CO_2 изучали с использованием весов Мак-Бена.

В результате проведенных экспериментов было установлено, что адсорбционно-структурные характеристики бор-алюмооксидных продуктов в значительной мере определяются методом и условиями их получения (см. табл. I). Соосаждение раствором аммиака позволяет получать продукты с большей $S_{уд.}$, нежели при механическом смешении, особенно при содержании B_2O_3 30–40% мас., но не обеспечивает в них заданного содержания оксида бора. Продукты с содержанием B_2O_3 ~50% мас. характеризуются низкой величиной удельной поверхности. Поверхность образцов серии Ia больше, чем образцов серии Ib (см. табл. I), что согласуется с имеющимися данными об образовании более гидрофобных глобул с крупнопористой структурой и меньшей поверхностью образцов в щелочной среде по сравнению с кислой.

Т а б л и ц а I

Влияние условий получения на величину удельной поверхности бор-алюмооксидных продуктов (температура прокаливания - 500°C)

№ пп	Мольное отношение		Суд. образцов, м ² /г			
	В ₂ O ₃ : Al ₂ O ₃ в образцах		осаждение NH ₄ OH		гомогенное осаждение	
	серия I	серия 2	кислая среда (Ia)	щелочная среда (Iб)	открытый сосуд (2a)	с обратным холодильником (2б)
1	0,18	0,16	548	455	514	481
2	0,31	0,26	574	531	680	520
3	0,62	0,63	480	460	810	600
4	0,92	0,98	585	386	805	463
5	1,40	1,47	194	130	582	465

Метод гомогенного осаждения обеспечивает получение бор-алюмооксидных продуктов с заданным содержанием оксида бора и высокой величиной *S*_{уд.} во всем изученном интервале его осаждения (5-50% мас. В₂O₃). Максимальную поверхность имеют образцы, содержащие 30-40% В₂O₃ по массе. Получение продуктов в реакторе с обратным холодильником приводит к образованию широкопористых продуктов с меньшей величиной удельной поверхности.

Синтез бор-алюмогидроксидных гелей с использованием основных солей алюминия позволяет получать продукты заданного состава, однако *S*_{уд.} бор-алюмооксидных продуктов невысока (~200 м²/г), что объясняется низким pH их осаждения и, как следствие, образованием агрегатов, неустойчивых к повышенной температуре.

Осаждение продуктов в системе Al(NO₃)₃ - H₃BO₃ - H₃PO₄ - H₂O проводили при 100-120°C в реакторе с обратным холодильником в присутствии мочевины. Мольное соотношение нитрата алюминия, борной и фосфорной кислоты составляло от 1,0 : 0,08 : 0,08 до 1,0 : 1,47 : 2,0.

Было установлено (рис. I), что в исследуемой системе гели образуются по всему объему исходного раствора независимо от содержания В₂O₃ при мольном отношении P₂O₅ : Al₂O₃ в реакционной смеси менее 1,0; при соотношениях P₂O₅ : Al₂O₃ ≥ 1,0 получены аморфные осадки.

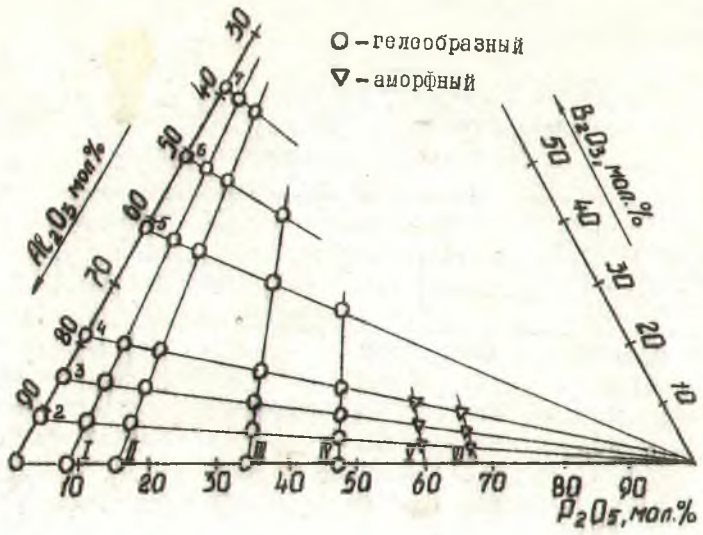


Рис.1. Характер осадка в системе $Al(NO_3)_3-H_3BO_3-H_3PO_4-CO(NH_2)_2-H_2O$ в зависимости от мольного отношения $B_2O_3 : Al_2O_3 : P_2O_5$ в исходном растворе (значения мольных отношений $B_2O_3 : Al_2O_3$ (2, 3, ..., 7) и $P_2O_5 : Al_2O_3$ (I, II, ..., V) приведены в табл. 2).

Осаждение гелей в широком диапазоне отношений $B_2O_3 : Al_2O_3$ как в системе $Al(NO_3)_3-H_3BO_3-CO(NH_2)_2-H_2O$, так и в системе $Al(NO_3)_3-H_3BO_3-H_3PO_4-CO(NH_2)_2-H_2O$ объясняется, по-видимому, высокой гидрофильностью образующихся алюмоборатных комплексов. Осаждение аморфных осадков в системе $Al(NO_3)_3-H_3PO_4-CO(NH_2)_2-H_2O$ и $Al(NO_3)_3-H_3BO_3-H_3PO_4-CO(NH_2)_2-H_2O$ при отношениях $P_2O_5 : Al_2O_3 \approx 1,0$ можно объяснить низкой гидрофильностью образующихся алюмофосфатных комплексов.

Продукты термической обработки гелеобразных осадков, образующихся в системе $Al(NO_3)_3-H_3BO_3-H_3PO_4-CO(NH_2)_2-H_2O$, обладают значительной величиной удельной поверхности (табл.2), превосходящей $S_{уд}$ гелеобразных фосфатов алюминия. Значительное увеличение удельной поверхности объясняется аморфизующим действием оксида бора. Продукты термической обработки аморф-

ных осадков имеют величину $S_{уд.}$, характерную для кристаллических веществ.

Т а б л и ц а 2

Удельные поверхности продуктов, осажденных мочевиной в системе: $Al(NO_3)_3 - H_3BO_3 - H_3PO_4 - H_2O$ (температура прокаливания $300^\circ C$).

Мольное отношение $B_2O_3:Al_2O_3$ и индекс образца	Мольное отношение $P_2O_5 : Al_2O_3$ и индекс образца				
	0,08(I)	0,17 (II)	0,5(III)	0,9(IV)	1,5 (V)
0,08(2)	334	360	321	315	12
0,16(3)	552	427	532	287	45
0,26(4)	614	596	550	461	20
0,63(5)	558	584	524	281	-
0,98(6)	666	524	408	-	-
1,47(7)	502	469	-	-	-

Для получения продуктов, содержащих фосфат бора и гелеобразный фосфат алюминия, с высокой удельной поверхностью было изучено взаимодействие концентрированной фосфорной и борной кислоты и продуктов их частичной или полной дегидратации в гидротермальных условиях. Исходные смеси помещали во фторопластовом вкладыше в автоклав и выдерживали при температуре $100-300^\circ$ в воздушном термостате. Были определены условия образования растворимого и труднорастворимого кристаллического фосфата бора и установлено, что величина $S_{уд.}$ смеси фосфата бора с гелеобразным фосфатом алюминия при $300^\circ C$ составляет от 220 до $360 \text{ м}^2/\text{г}$ и определяется, в основном, количеством фосфата бора, введенного в исходную реакционную смесь.

Влияние термической обработки на фазовый состав и удельную поверхность продуктов, содержащих B_2O_3, Al_2O_3 и P_2O_5

Исследование образцов проводили с помощью рентгенографического, термографического и ИК-спектроскопического методов анализа.

Сравнение величин удельной поверхности бор-алюмооксидных образцов, полученных в различных условиях, после прокаливания пока-

зывает (рис.2), что при температурах обработки не более 800°C $S_{уд}$ образцов, полученных соосаждением, значительно выше, чем у образцов, полученных путем механического смешения исходных гидроксидов. $S_{уд}$ бор-алюмооксидных продуктов, полученных соосаждением, для образцов, обработанных при 500°C , при содержании B_2O_3 от 30 до 50% мас. увеличивается почти на порядок. Термообработка образцов при 1000°C приводит к резкому сокращению величины $S_{уд}$.

Сопоставление данных по $S_{уд}$ с результатами рентгенофазового и дериватографического исследований образцов позволяет сделать заключение о взаимосвязи между термическими превращениями и величиной $S_{уд}$, а также о влиянии условий получения образцов на их термические превращения.

У бор-алюмооксидных продуктов, полученных из гелей, после прокаливания при 800°C не наблюдается кристаллического $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, что свидетельствует о значительной аморфизации продуктов прокаливания и выражается в особенно высоких значениях величин $S_{уд}$ этих продуктов при температурах обработки $500\text{--}800^{\circ}\text{C}$.

Для бор-алюмооксидных образцов с мольным отношением $\text{B}_2\text{O}_3 : \text{Al}_2\text{O}_3 \leq 0,26$ повышение температуры обработки выше $89,2^{\circ}\text{C}$ ведет к кристаллизации бората алюминия $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{B}_2\text{O}_3$. У образцов с соотношением $\text{B}_2\text{O}_3 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 0,63\text{--}1,47$ при $700\text{--}830^{\circ}\text{C}$ происходит образование кристаллической фазы $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{B}_2\text{O}_3$, которая при повышении температуры переходит в $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{B}_2\text{O}_3$ и B_2O_3 , регистрируемые рентгенографически.

Температура прокаливания гелеобразных продуктов, содержащих оксиды бора, алюминия и фосфора, влияет на их фазовый состав и величину удельной поверхности. Продукты, полученные прокаливанием гелеобразных бороалюмофосфатов (БАФ) при температурах менее 800°C рентгеноаморфны. ИК-спектры этих продуктов содержат широкие полосы поглощения в области $480, 720$ и 1130 см^{-1} , характерные для фосфата алюминия, и слабые полосы при 930 и 1460 см^{-1} , обусловленные присутствием группы B-OH . Зависимость величины $S_{уд}$ от соотношения оксидов и температуры обработки (табл. 3) имеет сложный характер. Можно отметить тенденцию к снижению величины $S_{уд}$ с увеличением отношения $\text{P}_2\text{O}_5 : \text{Al}_2\text{O}_3$ при одних и тех же отношениях $\text{B}_2\text{O}_3 : \text{Al}_2\text{O}_3$. Это объясняется свойствами аморфного

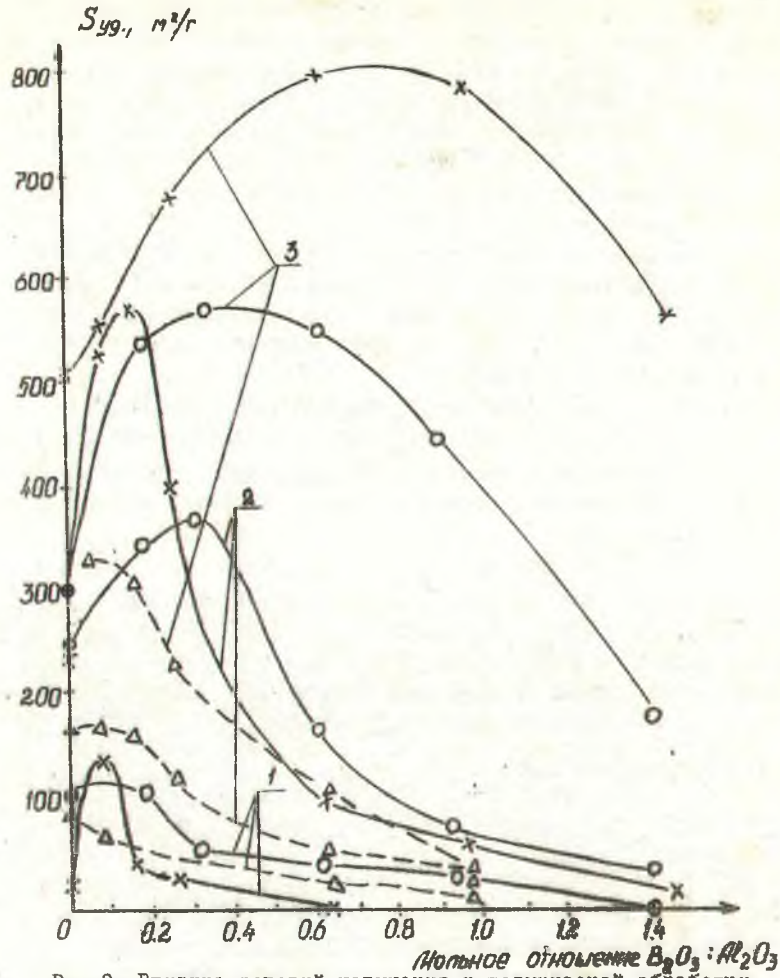


Рис.2. Влияние условий получения и термической обработки на величину удельной поверхности бор-алюмооксидных продуктов: о - осажденных аммиаком в кислой среде; х - осажденных мочевиной (серия 2а); Δ - полученных путем механического смешения исходных гидроксидов (по данным работ ИОНХ АН БССР). Температуры прокаливания: 1 - 1000°C; 2 - 800°C; 3 - 500°C.

Таблица 3
Влияние термической обработки на величину удельной поверхности телеобразных осадков, в системе $Al(NO_3)_3 - H_3BO_3 - H_2PO_4 - Co(NH_2)_2 - H_2O$ ($S_{уд}$, m^2/g)

Мольное отношение $B_2O_3 : Al_2O_3$ и индекс образца	Мольное отношение $P_2O_5 : Al_2O_3$ и индекс образца											
	0,08 (I)		0,17 (II)		0,5 (III)							
	Температура прокаливания, °C											
	500	800	1000	500	800	1000						
0,08 (2)	385	320	55	364	284	53	403	351	не акт.	305	227	8
0,16 (3)	516	293	21	320	240	не акт.	506	291	тоже	198	156	-
0,26 (4)	564	455	не акт.	601	470	тоже	528	15	не акт.	149	не акт.	-
0,63 (5)	627	7	тоже	629	не акт.	-	461	не акт.	-	115	тоже	-
0,98 (6)	577	16	не акт.	514	тоже	-	379	тоже	-	-	-	-
1,47 (7)	630	31	не акт.	587	20	-	-	-	-	-	-	-

ортофосфата алюминия, содержание которого с увеличением отношения $P_2O_5 : Al_2O_3$ возрастает.

При температурах обработки менее $800^\circ C$ для бороалюмофосфатов характерна большая величина удельной поверхности, чем для продуктов прокаливания телеобразного фосфата алюминия. При этом максимальную удельную поверхность имеют бороалюмофосфаты с молярными отношениями $B_2O_3 : P_2O_5 : Al_2O_3$, равными $0,26 : (0,08 : 0,5) : 1,0$.

Увеличение содержания B_2O_3 и P_2O_5 в телеобразных осадках приводит к снижению температуры, при которой образцы становятся сорбционно неактивными. Причиной этого являются процессы кристаллизации аморфных бороалюмофосфатов, причем вначале кристаллизуется фосфат алюминия, а при $900^\circ C$ и выше - борат алюминия $9Al_2O_3 \cdot 2B_2O_3$.

Использование бороалюмофосфатов в качестве катализаторов*

Учитывая, что бор-алюмооксидные и борфосфатные катализаторы парофазной изомеризации циклогексаноноксима (ЦГО) в ϵ -капролактам (ϵ -КЛ) имеют низкую селективность (24-50 % по ϵ -КЛ) при невысоких содержаниях B_2O_3 , а также данные по относительно большей селективности в этой реакции фосфата алюминия (~77% по ϵ -КЛ), представляло интерес исследовать в качестве катализаторов бороалюмофосфаты, в том числе с невысоким содержанием B_2O_3 .

Определение каталитической активности БАФ проводили на установке проточного типа при атмосферном давлении, температуре $230-325^\circ C$ и объемной скорости $1,0-3,0 \text{ ч}^{-1}$. В реакционную зону ЦГО подавали в виде 17 %-ного раствора в толуоле. Продукты реакции анализировали методом газожидкостной хроматографии.

Было установлено, что с увеличением молярного отношения $P_2O_5 : Al_2O_3$ активность БАФ, прокаленных при $300^\circ C$, повышается, а селективность по ϵ -КЛ приближается к максимуму (~86%) при отношении $P_2O_5 : Al_2O_3$, равном 0,9. Это объясняется низкой селективностью несвязанного оксида алюминия в реакции парофазной изомеризации.

* Определение каталитической активности проводили в лаборатории координационно-дислокационного катализа ИФОХ АН БССР.

Прокаливание БАФ с мольным отношением $B_2O_3 : P_2O_5 : Al_2O_3 = 0,26 : 0,9 : 1,0$ (содержание B_2O_3 составляет ~7% мас.) при $800^{\circ}C$ позволило повысить селективность катализатора до 99% и снизить температуру проведения реакции до $275^{\circ}C$.

Таким образом, БАФ с небольшим содержанием B_2O_3 обладает высокой активностью в реакции изомеризации ЦГО в ϵ -КЛ. Стойкость материалов для получения бороалюмофосфатного катализатора ниже, чем для бор-алюмооксидного. Это делает БАФ перспективными для разработки высокоэффективных катализаторов промышленного применения.

Разработка способа получения пористых бор-алюмооксидных продуктов и бороалюмофосфатов

Положительные результаты лабораторных испытаний способов получения пористых бор-алюмооксидных и бороалюмофосфатных продуктов позволили перейти к разработке принципиальной технологической схемы процесса с использованием мочевины в качестве осадителя.

С целью определения воспроизводимости характеристик получаемых пористых продуктов и соответствия показателей проведения процесса в условиях испытаний и лабораторных условиях была осуществлена опытно-заводская проверка основных стадий на Приморском ПО "Бор" имени 50-летия СССР.

Программой испытаний было предусмотрено получение бор-алюмооксидных продуктов с мольным отношением $B_2O_3 : Al_2O_3$, равным 0,63 и 1,47 и бороалюмофосфата с отношением $B_2O_3 : P_2O_5 : Al_2O_3 = 0,26 : 0,9 : 1,0$.

Технология получения пористых продуктов включает следующие основные операции: дозировка и растворение исходных веществ (нитрата алюминия, борной, фосфорной кислоты и мочевины) в заданном соотношении; выдерживание приготовленного раствора при $100-120^{\circ}C$ до образования геля; сушка геля и прокаливание полученного неорогеля.

В диссертации приведены аналитические данные исходных реагентов, нормы расхода, условия осуществления отдельных операций, аналитические данные наработанных опытно-промышленных партий.

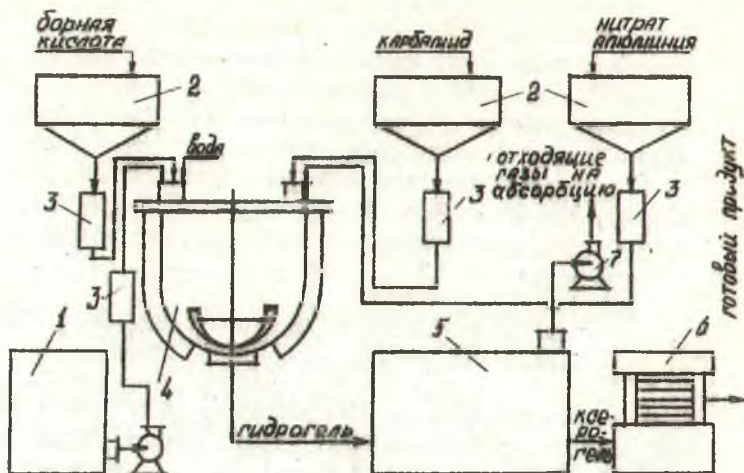


Рис.3. Принципиальная технологическая схема по получению пористых бор-алюмооксидных продуктов и бороалюмофосфатов. 1 - емкость с раствором фосфорной кислоты; 2 - бункеры для нитрата алюминия, борной кислоты и мочевины; 3 - дозаторы; 4 - реактор с паровой рубашкой и мешалкой; 5 - печь для сушки геля и прокаливания ксерогеля; 6 - таблетировочная машина; 7 - вентилятор-дымосос.

В целом опытно-заводская проверка показала возможность получения пористых продуктов с заданными свойствами, стабильность всех операций, что позволяет предложить принципиальную технологическую схему их производства (рис.3). Схема отличается простотой, отсутствием сложных аппаратов, но вместе с тем позволяет выпускать при незначительных изменениях продукты с заданными отношением V_2O_5 , Al_2O_3 и P_2O_5 и величиной удельной поверхности.

К работе приложены акты по получению пористых продуктов в опытно-заводских условиях и испытаний бороалюмофосфатов в качестве катализатора.

Заключение

1. Найдены условия образования гелей и осадков в системах $Al(NO_3)_3-N_3BO_3-CO(NH_2)_2-H_2O$ (I) и $Al(NO_3)_3-N_3BO_3-N_3PO_4-CO(NH_2)_2-$

$\text{-H}_2\text{O}$ (II) и установлены основные технологические факторы, влияющие на процесс гелеобразования. Установлено, что в системе I гели образуются при всех изученных мольных отношениях $\text{B}_2\text{O}_3:\text{Al}_2\text{O}_3$; в системе II гели осаждаются независимо от содержания B_2O_3 в исходном растворе при мольном отношении $\text{P}_2\text{O}_5:\text{Al}_2\text{O}_3 < 1,0$.

2. Установлено, что при температурах прокаливания менее 800°C удельная поверхность бор-алюмооксидных продуктов, полученных соосаждением, значительно выше, чем у образцов, полученных путем механического смешения исходных гидроксидов. Показано, что введение борной кислоты тормозит образование кристаллического $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в продуктах прокаливания осадков, полученных осаждением аммиаком и мочевиной.

3. При температурах прокаливания ниже 800°C удельная поверхность бороалюмофосфатов превышает $S_{\text{уд}}$ телеобразных фосфатов алюминия, полученных аналогичным способом, что объясняется аморфизирующим действием оксида бора.

4. На основании полученных результатов предложены новые способы получения бор-алюмооксидных продуктов и бороалюмофосфатов с заданным содержанием B_2O_3 , обладающих развитой удельной поверхностью при температурах прокаливания $300\text{--}800^\circ\text{C}$ в широком интервале содержаний оксида бора (5-50 % мас.).

5. Изучено взаимодействие концентрированной фосфорной и борной кислот и продуктов их частичной или полной дегидратации в гидротермальных условиях и разработан новый способ получения стехиометрического фосфата бора, труднорастворимого в воде и предложен способ получения пористых продуктов, содержащих фосфат бора с телеобразным фосфатом алюминия.

6. Установлено, что бороалюмофосфаты обладают значительной активностью в реакции изомеризации циклогексанооксида в ϵ -капролактамы и найдены условия приготовления БАФ, обладающего высокой селективностью (99 %) при небольшом содержании B_2O_3 (~7 % мас.): мольное отношение $\text{B}_2\text{O}_3:\text{Al}_2\text{O}_3:\text{P}_2\text{O}_5$ составляет 0,26 : 0,9 : 1,0; температура прокаливания - 800°C .

7. На основе проведенных исследований предложена принципиальная технологическая схема получения пористых продуктов, содержащих B_2O_3 , Al_2O_3 и P_2O_5 и определены основные параметры технологического режима по стадиям производства; опытные партии бороалюмофосфатов испытаны в качестве катализаторов.

Список опубликованных работ

1. Габалов Е.В., Печковский В.В., Пинаев Г.Ф. Синтез и исследование пористых боралюмоокисных продуктов. - В кн.: Технология борных соединений. Тр. Уральс.н.-и. хим. ин-та. - Свердловск, 1980, вып. 51, с. 37-41.
2. А.с. № 829570 (СССР). Способ получения окиси алюминия, модифицированной окисью бора /Г.Ф.Пинаев, Е.В.Габалов. - Оpubл. в Б.И., 1981, № 18.
3. Габалов Е.В., Пинаев Г.Ф., Печковский В.В. Синтез и исследование пористых продуктов, образующихся в системе $Al(NO_3)_3-N_2O_3-N_2PO_4-CO(NH_2)_2-N_2O$. - Черкассы, 1981 - 10 с. Рукопись представлена Белорусским технол. ин-том. Деп. в ОНИИТЭХИМ, № 563 XI-ДВ1 от 26.06.81.
4. А.с. № 895924 (СССР). Способ получения фосфата алюминия, содержащего окись бора /Е.В.Габалов, Г.Ф.Пинаев, В.В.Печковский, Л.В.Горностаева. - Оpubл. в Б.И., 1982, № 1.
5. Габалов Е.В., Пинаев Г.Ф. Синтез и исследование пористых продуктов, образующихся в системе $Al(NO_3)_3-N_2O_3-N_2PO_4-N_2O$. - В кн.: Физико-химические исследования фосфатов: Тезисы докл. У Всесоюзной конф. Л., 1981, ч. I, в. 91.
6. А.с. № 882924 (СССР). Способ получения фосфата бора /В.В. Печковский, Г.Ф.Пинаев, Е.В.Габалов, Л.В.Горностаева. - Оpubл. в Б.И., 1981, № 43.
7. Пинаев Г.Ф., Габалов Е.В., Горностаева Л.В. Получение фосфата бора стехиометрического состава. - В кн.: Материалы XI Всесоюзной научн.-техн.конф. ТНВ и мин.удоб.: Тезисы докл. Чимкент, 1981, т. I, с. 327-330.
8. Габалов Е.В., Исследование свойств продуктов, соосаждающихся в системе $Al(NO_3)_3-N_2O_3-NH_4OH-N_2O$. - В кн.: Республиканская межвузовская конференция молодых ученых-химиков. Тезисы докл. Минск, 1979, с. 32.

Евгений Викторович Габалов
Получение и исследование пористых продуктов,
содержащих в качестве основных компонентов
 B_2O_3 , Al_2O_3 и P_2O_5 .

Подписано в печать 23/04/82. АТ 05637. Формат 60x84 1/16.
Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 1.
Тираж 100 экз. Заказ 274 Бесплатно.

Отпечатано на ротавпринте Белорусского ордена
Трудового Красного Знамени технологического
института им. С.М.Кирова.

220630, Минск, Свердлова, 13.