



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

(III) 865787

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 30.10.79 (21) 2859761/23-26

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 23.09.81. Бюллетень № 35

Дата опубликования описания 23.09.81

(51) М. Кл.³

С 01 В 25/36

(53) УДК 661.635
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Л.С. Ещенко, Р.Н. Двоскина и В.В. Печковский

(71) Заявитель

Белорусский технологический институт им. С.М. Кирова

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИГИДРАТА ОРТОФОСФАТА ИТТРИЯ

1
Изобретение относится к способам получения неорганических веществ, в частности к способу получения фосфата иттрия, используемого в качестве реактива.

Известен способ получения средних фосфатов иттрия взаимодействием иттрийсодержащего компонента с однозамещенным фосфатом натрия, рубидия при нагревании [1].

Недостатками этого способа являются невысокий выход целевого продукта, наличие в нем примесей катионов Na^+ или Rb^+ в случае применения в качестве исходных веществ фосфатов натрия или рубидия, а также применение дорогостоящих фосфорсодержащих солей.

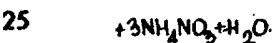
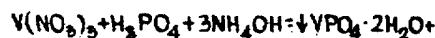
Наиболее близким к изобретению является способ получения дигидрата ортофосфата иттрия, согласно которому к раствору фосфорной кислоты небольшими порциями добавляют окись иттрия до насыщения, после чего смесь перемешивают до состояния равновесия при 80°C в течение 7 сут, при pH 0,2-0,3. При этом из раствора кристаллизуется дигидрат ортофосфата иттрия [2].

2
Недостатки известного способа - низкий выход целевого продукта - около 50%.

Цель изобретения - повышение выхода продукта и сокращение времени проведения процесса.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения дигидрата ортофосфата иттрия, заключающемуся во взаимодействии фосфорной кислоты с раствором иттрийсодержащего соединения, в качестве последнего используют нитрат иттрия, раствор которого смешивают с фосфорной кислотой в мольном соотношении 1:1-1,05 при pH 1,2-1,5 с последующей фильтрацией, отмыккой и сушкой осадка.

Взаимодействие ведут при мольном соотношении компонентов 1:1-1,05 согласно уравнению:



Эта реакция практически необратима и ее продуктами являются средний фосфат иттрия, который выпадает в осадок, и азотокислый аммоний. Ра-

створимость фосфата иттрия в растворе азотнокислого аммония невелика и поэтому выход продукта с учетом стадии отмыки достигает 90-92%.

Увеличение соотношения между исходными компонентами выше 1,05, т.е. увеличение количества иттрийсодержащего компонента, приводит к образованию фосфатов иттрия различной замещенности. Уменьшение же соотношения, т.е. избыток фосфорной кислоты, приводит к потерям фосфата иттрия, вследствие его частичного растворения в кислоте, а также возможности образования кислых фосфатов иттрия.

Проведение взаимодействия исходных компонентов при pH 1,2-1,5 приводит к увеличению выхода фосфата иттрия.

С целью увеличения выхода процесс ведут в присутствии водного раствора аммиака в количестве, необходимом для нейтрализации выделяющейся азотной кислоты. pH раствора при этом составляет 1,2-1,5. Выход готового продукта - 90-92%. Увеличение pH выше 1,5 приводит к образованию аммонийных фосфатов иттрия. Оптимальным временем взаимодействия при 80-100°C является 10-15 ч. Уменьшение времени приводит к образованию мелкокристаллического фосфата иттрия.

Пример 1. К 50 мл 1M раствора нитрата иттрия добавляют 50 мл 1M раствора фосфорной кислоты, что соответствует мольному соотношению 1:1 (pH 0,2). Для увеличения pH смеси до 1,2 добавляют 1M раствор аммиака (около 170 мл). Полученную суспензию помещают в закрытый сосуд и выдерживают при 80-100°C в течение 15 ч. Затем осадок отфильтровывают, промывают водой и сушат при 50-70°C. Согласно химическому анализу состав полученного соединения, вес. %:

Y_2O_3 51,4; P_2O_5 32,3 и H_2O 16,1, что соответствует формуле $\text{YPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Выход продукта составляет 92%.

Пример 2. К 50 мл 1M раствора нитрата иттрия добавляют 52,5 мл 1M раствора фосфорной кислоты, что соответствует мольному соотношению 1:1,05. Для достижения pH смеси 1,5 прибавляют 180 мл 1M раствора аммиака. Полученную суспензию выдерживают в закрытом сосуде в течение 10 ч при 80-100°C. Затем осадок фильтруют, промывают водой и сушат на воздухе. Полученное соединение отвечает формуле $\text{YPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Выход фосфата иттрия - 90%.

Изобретение позволяет повысить выход продукта до 90-92% и сократить продолжительность процесса до 10-15 ч.

Формула изобретения

Способ получения дигидрата ортофосфата иттрия, включающий взаимодействие фосфорной кислоты с раствором иттрийсодержащего соединения при нагревании с последующей фильтрацией, отмыкой и сушкой продукта, отличающийся тем, что, с целью увеличения выхода продукта и сокращения времени процесса, в качестве иттрийсодержащего соединения используют нитрат иттрия, раствор которого берут в смеси с фосфорной кислотой в мольном соотношении 1:1-1,05 и процесс ведут при pH 1,2-1,5.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Тананаев И.В. и Джабишвили Н.А. Неорганические материалы, 1965, № 4, с. 514.

2. Ландия М.В. Некоторые вопросы химии фосфатов иттрия. Автореферат диссертации на соискание уч. степени канд.хим. наук, Тбилиси, 1974.

Редактор Г. Кацалап

Составитель В. Кириленко

Корректор С. Щомак

Заказ 7973/33

Тираж 508

Подписьное

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

Филиал ППИ "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4