



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1353727 A1

(5D) 4 C 01 B 25/45

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4043069/31-26

(22) 27.03.86

(46) 23.11.87. Бюл. № 43

(71) Белорусский политехнический институт

(72) В.П.Титов, Л.В.Кульбицкая,

Ю.Г.Зонов и И.П.Добровольский

(53) 661.846:661.882 (088.8)

(56) Авторское свидетельство СССР  
№ 1119980, кл. С 01 В 25/45, 1983.

Alberti G., Costantino V., Luciani M.L. *Jornal Chromatography*, 1980, 201, p. 175.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ДВОЙНОГО ФОСФАТА ТИТАНА И МАГНИЯ ОБЩЕЙ ФОРМУЛЫ  $\gamma\text{-TiMg}(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

(57) Изобретение относится к способу получения кристаллического двойного фосфата титана и магния общей формулы  $\gamma\text{-TiMg}(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , используемого в качестве ионнообменника, катализатора и наполнителя, и позволяет сократить время процесса, повысить выход и чистоту продукта. Двойной фосфат титана и магния указанной формулы получают обработкой фосфата титана  $\gamma\text{-Ti}(\text{HPO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  раствором уксуснокислого магния в присутствии аммиака при исходном соотношении  $\text{Ti}^{4+} : \text{Mg}^{2+} : \text{NH}_4^+$ , равном 1:(2,0-2,5):(1,6-2,0). Выход продукта составляет 98,2 - 98,3%. Содержание основного вещества в продукте 97,9-98,7%. 1 табл.

(19) SU (11) 1353727 A1

Изобретение относится к способам получения кристаллического гидратированного двойного фосфата титана и магния, который может быть использован в качестве ионообменника, катализатора, наполнителя.

Целью изобретения является сокращение времени процесса, повышение выхода и чистоты продукта.

**Пример 1.** В емкость, содержащую 1 г  $\gamma$ -Ti(HPO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O, добавляют 100 мл 0,075 М раствора уксуснокислого магния и 0,9 мл 25%-ного раствора NH<sub>4</sub>OH. Т:Ж=1:100, pH ~ 9. Количество Mg<sup>2+</sup> в растворе составляет 15 мг-экв/г  $\gamma$ -Ti(HPO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O, NH<sub>4</sub><sup>+</sup> - 5,8 мг-экв/г  $\gamma$ -Ti(HPO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O. Исходное соотношение Ti<sup>4+</sup>:Mg<sup>2+</sup>:NH<sub>4</sub><sup>+</sup> = 1:2,0:1,6.

Взаимодействие проводят в течение 48 ч при непрерывном перемешивании при 60°C. Полученный продукт фильтруют, отжимают под прессом, затем высушивают на воздухе.

Согласно химическому и рентгеновскому анализам полученный продукт представляет собой двойной фосфат  $\gamma$ -TiMg(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O. Определение фосфатных групп в фильтрате показывает, что степень гидролиза не превышает 2%. Выход двойного фосфата составляет 1,12 г или 98,3%, содержание основного вещества - 98,4%.

Уксуснокислая соль магния в меньшей степени подвержена гидролизу вследствие образования комплекса (MgCH<sub>3</sub>COO)<sup>+</sup>. Этим она препятствует образованию фосфата магния.

Титан также образует в растворах устойчивые ацетатные комплексы, что, в свою очередь, затрудняет осаждение гидрата двуокиси титана, что также способствует получению продукта высокой степени чистоты.

Добавление к растворам магния аммиака позволяет создавать в системе значения pH = 9, способствующие диффузии ионов водорода в раствор, в результате чего слои в  $\gamma$ -Ti(HPO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O заряжаются отрицательно, происходит их раздвижение, что облегчает обмен H<sup>+</sup>/Mg<sup>2+</sup>.

Кроме того, вводимые ионы аммония играют роль катализатора, понижаящего энергию активации реакции и тем самым дающего возможность полностью обменивать ионы магния на протоны с небольшими затратами во времени. Так,

в присутствии аммиака в начальный период взаимодействия обмен H<sup>+</sup>/NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (в течение получаса) идет с образованием в качестве промежуточного продукта двойного  $\gamma$ -фосфата титана и аммония, обладающего большим межслоевым расстоянием (13,6 Å) в сравнении с  $\gamma$ -Ti(HPO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O (11,6 Å), достаточно быстро обменивающего ионы NH<sub>4</sub><sup>+</sup> на ионы магния.

По известному способу двойной фосфат титана и магния указанной формулы получают обработкой фосфата титана  $\gamma$ -Ti(HPO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O раствором хлорида магния, содержащего твердый гидроксид магния, при исходном соотношении Ti<sup>4+</sup>:Mg<sup>2+</sup>, равном 1:320. Взаимодействие проводят при pH 9 и 60°C в течение 10 сут. Выход продукта составляет 83,3% вследствие неполноты взаимодействия из-за гидролиза фосфата титана и образования фосфата магния, присутствующего в продукте наряду с гидратом двуокиси титана. Чистота продукта 92,5%.

**Пример 2.** Процесс проводят так же, как и в примере 1, но в емкость, содержащую  $\gamma$ -Ti(HPO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O, вводят 100 мл 0,09 М раствора уксуснокислого магния. Т:Ж=1:100, pH ~ 9. Количество Mg<sup>2+</sup> в растворе составляет 18 мг-экв/г  $\gamma$ -Ti(HPO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O. Исходное соотношение Ti<sup>4+</sup>:Mg<sup>2+</sup>:NH<sub>4</sub><sup>+</sup> 1:2,5:1,6.

Полученный продукт - двойной фосфат состава  $\gamma$ -TiMg(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O. Степень гидролиза 2%. Выход двойного фосфата 1,12 г или 98,3%. Содержание основного вещества 98,7%.

**Пример 3.** Процесс проводят так же, как и в примере 1, но аммиака в исходную смесь вводят 1,1 мл. Количество NH<sub>4</sub><sup>+</sup> в растворе составляет 7 мг-экв/г  $\gamma$ -Ti(HPO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O. Исходное соотношение Ti<sup>4+</sup>:Mg<sup>2+</sup>:NH<sub>4</sub><sup>+</sup> = 1:2,0:2,0, pH ~ 9,2.

Полученный продукт - двойной фосфат  $\gamma$ -TiMg(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O. Степень гидролиза менее 3%. Выход целевого продукта 1,11 г или 98,2%. Содержание основного вещества 97,8%.

**Пример 4.** Процесс проводят так же, как и в примере 2, но аммиака вводят 1,1 мл. Количество Mg<sup>2+</sup> в растворе составляет 18 мг-экв/г  $\gamma$ -Ti(HPO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O. Количество NH<sub>4</sub><sup>+</sup> - 7 мг-экв/г  $\gamma$ -Ti(HPO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O. Исход-

ное соотношение  $Ti^{4+} : Mg^{2+} : NH_4^+ = 1:2,5:2,0$ , pH ~ 9,2.

Полученный фосфат - двойная соль состава  $\gamma-TiMg(PO_4)_2 \cdot 3H_2O$ . Степень гидролиза не более 3%. Выход целево-

го продукта 1,11 г или 98,2%. Содержание основного вещества 97,9%.

Пример 5. Процесс проводят так же, как и в примере 1, но меняют подачу исходных реагентов. Данные приведены в таблице.

Исходное соотношение $Ti^{4+} : Mg^{2+} : NH_4^+$	Выход продукта, %	Содержание основного вещества, %	Результат проведения процесса
1,0 : 1,8 : 2,0	96,5	93,4	В продукте содержится двуокись титана
1,0 : 2,65 : 1,8	98,4	98,2	Повышенный расход уксуснокислого магния
1,0 : 2,0 : 1,5	93,4	94,6	pH менее 9, в продукте фосфат титана
1,0 : 2,0 : 2,2	92,8	88,6	pH 9,5, в продукте фосфат магния и двуокись титана

Из данных таблицы следует, что при осуществлении процесса вне предлагаемого интервала соотношений продукт загрязнен продуктами гидролиза реагентов или наблюдается повышенный расход реагента, который не улучшает показатели процесса.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я  
Способ получения кристаллического двойного фосфата титана и магния общей формулы  $\gamma-TiMg(PO_4)_2 \cdot 3H_2O$ , вклю-

30 чающий обработку фосфата титана  $\gamma = Ti(HPO_4)_2 \cdot 2H_2O$  раствором соли магния, отделение продукта от маточника фильтрацией с последующей сушкой, отличающийся тем, что, с целью сокращения времени процесса, 35 повышения выхода и чистоты продукта, в качестве соли магния используют его уксуснокислую соль и обработку ведут в присутствии аммиака при исходном соотношении  $Ti^{4+} : Mg^{2+} : NH_4^+$ , 40 равном 1:(2,0-2,5):(1,6-2,0).

Составитель Г.Целищев

Редактор Н.Егорова Техред И.Верес

Корректор В.Бутяга

Заказ 5662/20

Тираж 456

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4