

Винахід належить до галузі хімічного матеріалознавства, зокрема до одержання фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію багатофункціонального призначення, що може бути використаний як каталізатор або носій каталізатора в нафтохімічній промисловості; наповнювач пластичних мас, лаків, фарб; для одержання полірувальних порошків, паст, суспензій, а також антикорозійних захисних покриттів та матованих композицій, для одержання продуктів з високими експлуатаційними властивостями.

Відомий фосфатований оксид алюмінію, що містить 40%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 55,5%  $\text{P}_2\text{O}_5$  та домішки, який використовується як каталізатор або як носій для каталізатора (пат. США №4542001, опубл. 17.09.85) [1].

Відповідно до [1] фосфатований оксид алюмінію одержують при взаємодії водного розчину фосфорної кислоти з  $\text{Al}_2\text{O}_3$  або  $\text{Al}(\text{OH})_3$  при нагріванні в органічному розчиннику при мольному співвідношенні  $\text{P}_2\text{O}_5 : \text{Al}_2\text{O}_3 = 0,8:1,8$ . Як органічний розчинник використовують спирт, ефір, кетон, ароматичний або аліфатичний вуглеводень з температурою кипіння  $>60^\circ\text{C}$ . Процес проводять в апараті зі зворотним холодильником, відганяючи азеотропну суміш води з органічним розчинником. Температура проведення процесу біля  $80^\circ\text{C}$ . Реакційну суміш після охолодження фільтрують, осад висушують.

Одержують порошок з середнім розміром частинок біля 50мкм, що за даними рентгенофазового аналізу являє собою берлініт. Твердість за Моосом такого матеріалу 5 (Н.А.Торопов, Л.Н.Буллк. Кристаллография и минералогия. - Л.: 1972.-С.111-114) [2].

Відповідно до наших даних, порошок фосфатованого оксиду алюмінію [1] у водному середовищі седиментаційне нестійкий, а поверхня його малоактивна відносно полімерних та органічних середовищ, тобто спостерігається велика різниця між адгезійними і когезійними взаємодіями. Тому використання його як наповнювача пластичних мас та в антикорозійних композиціях недоцільне.

А процес одержання фосфатованого оксиду алюмінію [1] потребує досить великих енергетичних витрат і екологічно небезпечний через використання як реакційного середовища органічного розчинника, який виділяється в навколишнє середовище при проведенні процесу та при сушінні порошку.

Відомий також фосфатований оксид алюмінію з мольним співвідношенням  $\text{P} : \text{Al} = 0,32$  (пат. США № 4960748, опубл. 02.01.90) [3], що використовується як носій для каталізатора.

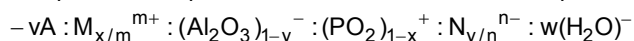
Фосфатований оксид алюмінію одержують прожарюванням матеріалів, що містять оксид алюмінію, наприклад, алюмосилікатів, при  $450-900^\circ\text{C}$  з наступним обробленням їх моно- або діалкілфосфатами, які одержують реакцією  $\text{P}_2\text{O}_5$  зі спиртами, зокрема, ізопропанолом. Обробку фосфатами ведуть з розрахунку молярного співвідношення фосфор . алюміній = 0,30. Одержаний продукт знову прожарюють на повітрі при  $700^\circ\text{C}$  Одержують крихкий агломерат, який подрібнюють до потрібних розмірів. Порошок фосфатованого оксиду алюмінію [3] має твердість за Моосом 5 [2].

Як показали наші дослідження, одержаний відповідно до [3] порошок седиментаційне нестійкий у воді, а його поверхня, аналогічно [1], малоактивна відносно полімерних та органічних середовищ. Тому використання його як наповнювача пластичних мас і в антикорозійних композиціях недоцільне.

Спосіб одержання фосфатованого оксиду алюмінію, відповідно до [3], характеризується високою енергоємністю > складним апаратним оформленням.

Найбільш близьким до винаходу за технічною суттю та за результатом, що досягається, є фосфатований кристалінний оксид алюмінію і спосіб його одержання, описані в патенті США № 4877593, опубл. 31.10.89 [4].

Фосфатований кристалічний оксид алюмінію, одержаний в результаті синтезу [4], має загальну формулу:



де:

v - кількість молей А;

А - включена органічна речовина,

w - кількість молей води, наприклад, 0 - 5;

M - катіон валентністю m;

N - аніон валентністю n;

x, y - коефіцієнти, причому  $x = 0,01 \div 1,0$ ;  $y = 0,01 \div 1,0$  і  $x + y < 1$ .

Продукт призначений для використання як каталізатор або носій каталізатора.

Відповідно до [4] порошкоподібний фосфатований кристалічний оксид алюмінію одержують так. Вихідну реакційну суміш, яка містить  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$  і воду при мольному співвідношенні реагентів  $\text{P}_2\text{O}_5$ .  $\text{Al}_2\text{O}_3 = 0,01 \div 20$ ,  $\text{H}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 = 2 \div 400$ ,  $\text{H}^+/\text{Al}_2\text{O}_3 = 0,01 \div 30$ , перемішують 10хв при  $25^\circ\text{C}$ . До суспензії додають органічну речовину (R) при співвідношенні  $\text{R} : \text{Al}_2\text{O}_3 = 0,02 \div 20$ . R є органічним напрямним агентом кристалізації, як його використовують алкілдіамін з алкільною групою, що містить від 5 до 7 атомів вуглецю, наприклад, 1,5-пентандіамін або 1,7-гептандіамін. Крім того, в реакційну суміш вводять затравку - кристали одержуваного алюмофосфату в кількості 0,01 - 1,0%мас. Одержану реакційну суміш завантажують в автоклав, процес проводять при температурі від 80 до  $300^\circ\text{C}$  на протязі від 5 годин до 20 днів при обертанні. Реакція проводиться до утворення кристалів. Охолоджену до кімнатної температури одержану суміш фільтрують, промивають водою і сушать. Одержують порошок фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію з твердістю за Моосом 5 [2], частинки якого мають гострі (рвані) кінці, і який має такі рентгенографічні характеристики:

Таблица 1

Міжплощинні відстані, d, нм	Відносна інтенсивність, I/I <sub>0</sub>
1,3721 ± 0,1	40
0,9449 ± 0,1	100
0,7525 ± 0,1	10
0,6688 ± 0,05	10
0,5927 ± 0,05	10
0,5204 ± 0,05	10

Як впливає з рентгенографічних характеристик, одержаний продукт являє собою «однофазову» речовину загальної формули, зазначеної вище.

Як компонент каталізатора або як каталізатор фосфатований кристалічний оксид алюмінію, відповідно до [4], використовується в процесах крекінгу, гідрокрекінгу, риформінгу. Умови проведення таких процесів жорсткі: це підвищена температура (250 - 550°C), тиск, великі механічні навантаження на частинки каталізатора.

Як впливає з характеристик фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію (твердість, форма частинок) при використанні його в каталітичних процесах частинки каталізатора стираються, утворюючи надзвичайно дрібні частинки, що заважає процесу та скорочує час його використання.

Відповідно до технології [4] нами був одержаний порошок фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію. Як вихідні речовини були використані оксид алюмінію, концентрована ортофосфорна кислота та 1,5-пентандіамін. Такий продукт складається з частинок різного розміру і форми з гострими кінцями, з широким спектром розподілу за дисперсністю (1-100мкм), з твердістю за Моосом 5.

Нами була досліджена можливість використання одержаного фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію як носія каталізатора, наповнювача полімерної композиції на основі фенопласту для технічних виробів, в антикорозійному захисному покритті, а також в полірувальній суспензії для механічної обробки алюмінієвих дисків до ступеня чистоти поверхні  $10^{-12}$ . Результати досліджень наведені в таблиці 3, приклад 24.

Одержані нами дані про використання фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію [4] як каталізатора підтверджують його недостатню міцність і працездатність у жорстких умовах.

При використанні фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію [4] як наповнювача полімерів полімерна композиція має низькі показники міцності, як ми вважаємо, в наслідок недостатньої адгезії між матрицею та наповнювачем.

Антикорозійні захисні покриття з фосфатованим кристалічним оксидом алюмінію [4] мають доволі низький опір відриву в результаті виникнення місць дефектності при формуванні покриття.

При використанні полірувальних сумішей з фосфатованим кристалічним оксидом алюмінію [4] потрібна тривала обробка (45с) алюмінієвих дисків для досягнення чистоти обробки поверхні  $10^{-12}$  внаслідок недостатньої твердості його частинок (5 за Моосом).

Таким чином основними недоліками відомого фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію, що обумовлені способом його одержання, є такі:

- одержаний продукт являє собою частинки різної конфігурації з гострими кінцями з широким спектром частинок -а розмірами (1-100мкм) та недостатньо високою твердістю (5 за Моосом);
- поверхня продукту малоактивна відносно полімерних та органічних середовищ (спостерігається велика різниця між адгезійними і когезійними взаємодіями).

Тому продукт [4] має обмежену сферу використання - як каталізатор або як носій каталізатора. До того ж, для більш ефективного використання його, в цьому випадку необхідне додаткове оброблення - змішування його з іншими матеріалами для надання більш високих фізико-механічних характеристик, необхідних в жорстких (температура, тиск) умовах роботи.

Крім того спосіб одержання фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію [4] довготривалий (до 20 днів), потребує великих енергетичних витрат (нагрівання до 300°C і обертання автоклава на протязі всього часу синтезу) та складного апаратурного оформлення.

В основу винаходу поставлене завдання розробити склад фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію та спосіб його одержання, в якому використання органічних речовин, що формують активну поверхню частинок, та проведення процесу при кімнатній температурі та в одній і тій же посудині, забезпечило б одержання складу продукту, що заявляється, практично монодисперсного (середній розмір частинок 20мкм), який мав би високу твердість (8 - 9 за Моосом) та активну поверхню відносно полімерних та органічних середовищ. Таким чином досягається багатофункціональність його використання:

- як носія каталізатора,
- наповнювача полімерних та органічних середовищ (композиційні матеріали, лаки, фарби),
- в антикорозійних покриттях,
- в полірувальних сумішах.

При цьому указані матеріали одержують з високими експлуатаційними характеристиками.

Слід також відзначити, що запропонований спосіб одержання відрізняється низькою енергоємністю, простотою апаратурного обладнання та проведення процесу, а також екологічно безпечний.

Для вирішення поставленого завдання запропонований фосфатований кристалічний оксид алюмінію, що включає оксид алюмінію та алюмофосфат-органічну речовину, який відповідно до винаходу містить алюмофосфаторганічну речовину загальної формули (1):



Де: R - алкільний, арильний, алкіламіний радикал з довжиною вуглеводневого ланцюга від 3 до 18 атомів вуглецю;

n - не менше 2;

при такому співвідношенні компонентів, % мас.:

алюмофосфаторганічна  
речовина загальної формули

(1) 0,5 -10,0

оксид алюмінію 90,0 - 99,5

Поставлене завдання вирішується також запропонованим способом одержання фосфатованого

кристалічного оксиду алюмінію, що включає оброблення оксиду алюмінію ортофосфорною кислотою та органічною речовиною при перемішуванні, в якому, відповідно до винаходу, оксид алюмінію обробляють у водному середовищі послідовно ортофосфорною кислотою до досягнення показника рН середовища рівного 4,5 - 6,0, органічною речовиною, як таку використовують іоногенну поверхнево-активну речовину, в кількості 0,005 - 0,1% мас. від маси оксиду алюмінію, а потім поліелектролітом або водорозчинним полімером в кількості 0,01 - 1,0% мас. від маси оксиду алюмінію. При цьому як іоногенну поверхнево-активну речовину (ПААР) використовують солі алкіламонію або ариламонію, як поліелектроліт полімерпіридинієві солі, а як водорозчинний полімер використовують поліакриламід або поліетиленгліколь.

Як випливає з технічної суті відомого способу [4] одержання фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію, при його реалізації утворюється «однофазовий» продукт, про що свідчить рентгенографічна характеристика (див. таблицю 1). При цьому органічна речовина в автоклавних умовах (температура 80 - 300°C, тиск) виступає в ролі органічного напрямного агента кристалізації.

Нами встановлено, що в запропонованому способі одержання фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію оброблення частинок оксиду алюмінію органічними речовинами, що заявляються, в умовах, що заявляються, (рН середовища, кімнатна температура, порядок введення, кількість) призводить до формування на поверхні частинок обоюдно алюмофосфаторганічної речовини, тобто одержують «двофазову» речовину, наявність якої підтверджується рентгенографічне (див. таблицю 2).

Наслідком одержаного складу частинок фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію є новий комплекс властивостей, які забезпечують багатофункціональність призначення продукту: каталізатор, наповнювач пластичних мас, лаків, фарб; компонент полірувальних сумішей, антикорозійних покриттів.

Таким чином, сукупність істотних ознак запропонованого способу забезпечує одержання складу фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію, що заявляється, та є необхідною і достатньою для досягнення технічного результату, що забезпечується винаходом, - одержання якісного продукту багатофункціонального призначення, використання якого дає можливість виготовляти високоякісну продукцію:

- каталізатор має міцність на стираність -8-13 %, кількість циклів використання 4 - 5;
- полімерні композиції мають міцність на згин 67 - 73 МПа, усадку 0,45 -0,60%;
- антикорозійні покриття мають опір відриву 2,8 - 3,2 МПа;
- полірувальна суміш забезпечує швидкість обробки до чистоти поверхні  $10^{-12}$  23-28с.

Характеристики використовуваних речовин:

Оксид алюмінію	ГОСТ 81 36-76
Ортофосфорна кислота	ГОСТ 6552-80
Деіонізована вода	ГОСТ 6709-72
Цетилтриметиламоній бромід	ТУ 6-09-79-70-77
Поліетиленгліколь	ТУ 6-09-4552-77
Полімерпіридинієві солі	ТУ 6-05-2009-86
Поліакриламід	ТУ 6-01 -1049-76
Октадецилбензилдиметиламоній хлорид	ТУ 6-09-07-374-78
Дидодецилдиметиламоній хлорид	ТУ 6-09-07-311 -74

Методи визначення характеристик

1. Фосфатований кристалічний оксид алюмінію:

- Визначення частинок за розмірами проводять за ASTM D422, D546;
- Твердість за Моосом визначалася згідно з методикою, описаною в [2];

- Рентгенографічні характеристики визначалися стандартним порошковим методом відповідно до «Руководства по рентгеновскому исследованию минералов», Л., «Недра», 1975, с.58-98.

2. Полімерна композиція:

- Межа міцності на згин за ASTM D790;
- Усадка за ASTM D955.

3. Антикорозійні покриття:

- Опір відриву за ГОСТ 14760-89.

4. Каталізатор, властивості визначалися відповідно до методик у «Катализе в промышленности», М., «Мир» 1986, т.2, гл.1.

Приклад реалізації за винаходом

Для одержання фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію беруть 1кг оксиду алюмінію з середнім розміром частинок 20мкм і змішують з 2л деіонізованої води при кімнатній температурі. До одержаної суспензії додають послідовно при перемішуванні 10%-ний розчин ортофосфорної кислоти до досягнення рН середовища 5,0, потім 0,3г цетилтриметиламоній броміду, і після цього 10мл 20%-ного розчину поліетиленгліколю. Одержаний продукт відокремлюють від води та висушують при температурі 120°C до вологості 1%. Одержують фосфатований кристалічний оксид алюмінію, що містить, % мас.:

алюмофосфаторганічної речовини	
формули $[-Al(PO_4)Cl_6H_{33}]_4$	3,0
оксиду алюмінію	97,0

Частинки одержаного продукту мають середній розмір 20мкм (96,0%мас.), гладеньку поверхню та твердість за Моосом 8,5.

Наведена в таблиці 2 рентгенографічна характеристика одержаного фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію свідчить про те, що на поверхні частинок оксиду алюмінію сформована оболонка з алюмофосфаторганічної речовини.

Таблиця 2

Міжплощинні відстані, d, нм	Відносна інтенсивність, I/I <sub>0</sub>	Міжплощинні відстані, d, нм	Відносна інтенсивність, I/I <sub>0</sub>
		0,949	30
		0,723	10
		0,520	20
		0,406	15
		0,375	10
0,347	75		
0,255	90		
0,237	40		
0,208	100		
0,174	60		
0,160	80		

Склад одержаного фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію та характеристики матеріалів, одержаних на його основі, наведені в таблиці 3, приклад 3.

Аналогічно прикладу реалізації за винаходом нами були одержані зразки фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію, які мають склад як у діапазоні, що заявляється, так і за його межами (таблиця 3, приклади 1-23).

Оптимальним з точки зору одержання якісного фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію, що забезпечує високі експлуатаційні характеристики продуктів на його основі, є вміст алюмофосфаторганічної речовини формули  $[-Al(PO_4)C_{16}H_{33}]_n$  0,5-10,0% мас. (приклади 1-6).

Такий же технічний результат отримують при вмісті, що заявляється, в фосфатованому кристалічному оксиді алюмінію алюмофосфаторганічних речовин структурних формул, наведених в таблиці 3 (приклади 7-21), що містять як R -алкільні радикали з довжиною вуглеводневого ланцюга C<sub>3</sub>, Cl<sub>2</sub>, Cl<sub>8</sub>, алкіламіній радикал - C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>NH<sub>2</sub> та арильний радикал - C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>.

При позамежному зменшенні вмісту алюмофосфаторганічної речовини, можливого при позамежному збільшенні вмісту оксиду алюмінію та позамежному значенні n (n = 1), в фосфатованому кристалічному оксиді алюмінію останній одержують з достатньою дисперсністю і твердістю, що дозволяє використовувати його як каталізатор. При цьому використання його як наповнювача полімерних композицій та складової антикорозійного покриття і полірувальної суміші недоцільне внаслідок погіршення їх експлуатаційних характеристик (приклад 22).

При позамежному підвищенні вмісту алюмофосфаторганічної речовини, можливого при позамежному зменшенні вмісту оксиду алюмінію в фосфатованому кристалічному оксиді алюмінію, останній одержують з достатньою дисперсністю, але недостатньою твердістю, а експлуатаційні характеристики продукції на його основі близькі до прототипу (приклад 23).

В таблиці 4 відображено вплив рН реакційного середовища та кількості використовуваних в процесі реалізації запропонованого способу органічних реагентів на якість одержуваного фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію та експлуатаційні характеристики продукції на його основі.

Як впливає з даних таблиці 4, рН реакційного середовища (4,5-6,0), кількість ІПАР (0,005-0,1% мас.), кількість поліелектроліту або водорозчинного полімеру (0,01-1,0% мас.), що заявляються, забезпечують одержання якісного фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію: твердість, дисперсність, а також високі експлуатаційні характеристики продукції на його основі (кількісні показники відображені в таблиці 3 у відповідності до посилань на приклади в таблиці 4).

При виході за межі значення рН реакційного середовища, що заявляється, наприклад, його зменшення до 4,0 (приклад 15) або збільшення до 6,5 (приклад 16) оболонка з алюмофосфаторганічної речовини на частинках оксиду алюмінію не утворюється внаслідок втрати реакційної здатності органічними реагентами: у першому випадку - відбувається осмолювання органічних реагентів, у другому випадку - внаслідок початку переетерифікації кінцевих груп органічних реагентів.

При введенні в реакційний об'єм ШАР в кількості меншій, ніж заявляється, наприклад, 0,002% мас. (приклад 17) суцільна оболонка на частинці оксиду алюмінію не утворюється, що призводить до погіршення якості одержуваного продукту та експлуатаційних властивостей продукції на його основі. При введенні ІПАР в кількості більшій, ніж заявляється, наприклад, 0,12% мас. (приклад 18) відбувається стабілізація суспензії і утворення продукту не відбувається.

При введенні в реакційний об'єм позамежних кількостей поліелектроліту або водорозчинного полімеру не відбувається фіксація продуктів реакції на поверхні матриці (частинок оксиду алюмінію) При введенні кількості меншої, ніж заявляється, наприклад, 0,005% мас. (приклад 19) - внаслідок недостатньої кількості реагенту; при введенні кількості більшої, ніж заявляється, наприклад, 1,20% мас. (приклад 20) - внаслідок підвищення ступеня дисоціації.

Істотним моментом способу одержання фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію, що заявляється, є порядок введення органічних реагентів.

Реакція утворення фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію протікає з необхідною швидкістю і виходом лише при умові модифікації поверхні матриці, яка забезпечується введенням в реакційний об'єм кількості ІПАР, що заявляється. Стабілізація продукту, що утворюється, забезпечується наступним введенням в реакційний об'єм кількості поліелектроліту або водорозчинного полімеру, що заявляється. Зворотний порядок введення органічних реагентів, тобто спочатку поліелектроліту або водорозчинного полімеру, а потім ІПАР, не призводить до утворення фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію.

Переваги запропонованого складу фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію і способу його

одержання в порівнянні з відомим технічним вирішенням [4] підтверджується даними таблиць 1 -3.

Відповідно до винаходу, запропонований фосфатований кристалічний оксид алюмінію перевищує за своїми якісними показниками відомий фосфатований кристалічний оксид алюмінію, що відображається в підвищенні твердості за Моосом з 5 до 8-9 та одержанні практично монодисперсного продукту, вміст частинок з середнім розміром 20мкм 95-97%.

Запропонований фосфатований кристалічний оксид алюмінію, порівнянне з відомим [4], має багатофункціональне призначення в застосуванні і може бути використаний не лише як каталізатор, але і як наповнювач пластичних мас, лаків, фарб, як складова антикорозійних покриттів, полірувальних сумішей і т.п., забезпечуючи високі експлуатаційні властивості продукції.

Запропонований спосіб відповідно до винаходу, порівняно з відомим, менше енергоємний (процес проходить при кімнатній температурі), екологічно безпечний та не потребує складного апаратурного обладнання (процес проводять в одному і тому ж реакційному об'ємі).

Таблиця 3

№ пр.	Фосфатований кристалічний оксид алюмінію				Експлуатаційні характеристики продукції				
	Склад			Якісні характеристики		Каталізатор	Полімерна композиція	Антикорозійне покриття	Полірувальна суміш
	Алюмофосфаторганічна речовина		Оксид алюмінію	Твердість за Моосом	Вміст частинок з $d_{cp}$ 20 мкм,	міцність на стирання,	міцність на згин,	опір відриву,	швидкість обробки,
	формула	кількість	%		%	%	Мпа	МПа	с
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
за винаходом									
1.	$[-Al(PO_4)C_{16}H_{33}]_2$	0,5	99,5	9,0	95,1	11	67	2,8	23
2.	$[-Al(PO_4)C_{16}H_{33}]_2$	1,0	99,0	9,0	95,7	11	69	2,8	25
3.	$[-Al(PO_4)C_{16}H_{33}]_4$	3,0	97,0	8,5	96,0	9	72	3,0	25
4.	$[-Al(PO_4)C_{16}H_{33}]_4$	5,0	95,0	8,5	97,0	8	70	3,0	25
5.	$[-Al(PO_4)C_{16}H_{33}]_6$	8,0	92,0	8,0	97,0	12	71	3,1	25
6.	$[-Al(PO_4)C_{16}H_{33}]_6$	10,0	90,0	8,0	96,5	13	71	3,2	15
7.	$[-Al(PO_4)C_3H_7]_3$	2,0	98,0	9,0	96,0	10	68	2,8	25
8.	$[-Al(PO_4)C_3H_7]_5$	6,0	94,0	8,5	96,9	9	72	3,0	25
9.	$[-Al(PO_4)C_3H_7]_6$	9,0	91,0	8,0	96,5	11	70	3,0	28
10.	$[-Al(PO_4)C_{12}H_{21}]_3$	4,0	96,0	8,5	96,3	8	69	2,9	24
11.	$[-Al(PO_4)C_3H_7]_5$	7,0	93,0	8,0	97,0	10	71	3,0	26
12.	$[-Al(PO_4)C_3H_7]_6$	9,0	91,0	8,0	96,1	10	70	3,2	28
13.	$[-Al(PO_4)C_{18}H_{37}]_3$	3,0	97,0	8,5	96,4	9	69	3,0	25
14.	$[-Al(PO_4)C_{18}H_{37}]_4$	5,0	95,0	8,5	96,8	10	73	3,1	25
15.	$[-Al(PO_4)C_{18}H_{37}]_5$	8,0	92,0	8,0	96,3	10	71	3,2	26
16.	$[-Al(PO_4)C_8H_{17}NH_2]_2$	1,0	99,0	9,0	96,2	10	68	2,9	25
17.	$[-Al(PO_4)C_8H_{17}NH_2]_3$	4,0	96,0	8,5	96,5	10	70	3,1	24
18.	$[-Al(PO_4)C_8H_{17}NH_2]_5$	7,0	93,0	8,0	96,8	12	71	3,1	25
19.	$[-Al(PO_4)C_6H_5]_3$	3,0	97,0	8,5	96,4	10	69	3,0	25
20.	$[-Al(PO_4)C_6H_5]_4$	5,0	95,0	8,5	97,0	9	72	3,1	25
21.	$[-Al(PO_4)C_6H_5]_5$	8,0	92,0	8,0	96,8	11	70	3,1	26
поза межні знамення									
22.	$[-Al(PO_4)C_{16}H_{33}]_1$	0,2	99,8	9,0	95,0	14	60	2,3	20*)
23.	$[-Al(PO_4)C_{16}H_{33}]_7$	12,0	88,0	6,0	96,0	18	63	2,6	40
за прототипом									
24.				5,0	40,0	20	61	2,6	45

\*) - 3'являються мікродефекти на поверхні виробу.

Таблиця 4

№ п/п	рН середовища	Умови одержання фосфатованого кристалічного оксиду алюмінію						Одержаний продукт та його якісні характеристики (№ прикладу в таблиці 3)
		Іоногенне ПАР		Поліелектроліт		Водорозчинний полімер		
		найменування	кількість % мас.	найменування	кількість % мас.	найменування	кількість, % мас.	
1	2	3	4	5	6	7	8	9
за винаходом								
1.	4,5	ЦТАБ	0,05	ПЕГ	0,5	-	-	3
2.	5,0	ЦТАБ	0,05	ПЕГ	0,5	-	-	3
3.	6,0	ЦТАБ	0,05	ПЕГ	0,5	-	-	3
4.	4,5	ЦГАБ	0,05	-	-	ППС	0,5	4
5.	5,0	ЦТАБ	0,05	-	-	ППС	0,5	4

6.	6,0	ЦТАБ	0,05	-	-	ППС	0,5	4
7.	5,0	ЦТАБ	0,005	ПЕГ	0,5	-	-	1
8.	5,0	ЦТАБ	0,025	ПЕГ	0,5	-	-	2
9.	5,0	ЦТАБ	0,100	ПЕГ	0,5	-	-	6
10.	5,0	ЦТАБ	0,100	ПЕГ	0,01	-	-	4
11.	5,0	ЦТАБ	0,100	ПЕГ	0,25	-	-	3
12.	5,0	ЦТАБ	0,100	ПЕГ	1,00	-	-	4
13.	5,0	ОБДМ	0,05	-	-	ППС	0,5	20
14.	5,0	ДДДМ	0,05	ПАА	0,5	-	-	11
поза межні значення								
15.	4,0	ОБДМ	0,05	ПАА	0,5	-	-	оболонка з алюмофос- фаторганічної речовини не формується
16.	6,5	ОБДМ	0,05	ПАА	0,5	-	-	так само
17.	5,0	ЦТАБ	0,002	ПЕГ	0,5	-	-	продукт аналогічно прикладу 22, табл.3
18.	5,0	ЦТАБ	0,12	ПЕГ	0,5	-	-	оболонка з алюмофос- фаторганічної речовини не формується
19.	5,0	ЦТАБ	и,05	ПЕГ	0,005	-	-	так само
20.	5,0	ЦТАБ	0,05	ПЕГ	1,20	-	-	так само

ЦТАБ - цетилтриметиламоній бромід;  
ПЕГ – поліетиленгліколь;  
ППС - полі-1,2-диметил-5-вінілпіридинійметилсульфатъ;  
ОБДМ - октадецилбензилдиметиламоній хлоридъ;  
ДДДМ - дидодецилдиметиламоній хлоридъ;  
ПАА – поліакриламід.