



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

ОПУБЛИКОВАНО  
Б. И. 19 95 № 12  
ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКЗ. №

000006

(19) **SU** (11) **1683308** **A1**

(51)6 C 07 C 253/34

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГНТ СССР

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4427389/04

(22) 11.04.88

(72) М.М.Кульчицкий, Б.С.Лысый  
и Р.К.Страшненко

(53) 547.239.07(088.8)

(56) Степин В.Д., Горштейн И.Г.,  
Блюм Г.Э. и др. Методы получения  
особо чистых неорганических веществ.  
Л.: Химия, 1969, с. 127-185.

Лурье А.А. Хроматографические мате-  
риалы. М.: Химия, 1978, с. 20-23.

(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ 4-(Н-АЛКОКСИ-  
С<sub>3</sub>-С<sub>5</sub>)-4-ЦИАНО-1,1'-БИФЕНИЛОВ

(57) Изобретение касается замещенных  
нитрилов, в частности очистки 4-(Н-ал-  
кокси-С<sub>3</sub>-С<sub>5</sub>)-4-циано-1,1'-бифенилов,  
используемых как жидкокристаллические  
компоненты в композициях для микро-  
электроники. Цель - повышение выхода  
целевого продукта. Очистку ведут из

раствора технического продукта в  
н-гептане (массовое отношение 1:14)  
при кипячении (1-1,5 ч) в присутствии  
активированного угля в смеси с  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,  
взятых в количестве 3 и 20-30% от мас-  
сы исходного продукта. Исходный техни-  
ческий продукт перед очисткой перегон-  
яют в вакууме. После кипячения реак-  
ционную массу отфильтровывают и к по-  
лученному фильтрату добавляют 20-  
30 мас.%  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (в расчете на исход-  
ный продукт) с последующим кипячением  
1-1,5 ч. После фильтрования раствора  
ведут кристаллизацию при 5-10°C в те-  
чение 12-15 ч. В процессе используют  
безводную  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и активированный  
уголь марки Norit. Эти условия увели-  
чивают выход целевого продукта с 35-  
39 до 68-70% при улучшении его каче-  
ства (отсутствие микропримесей).  
1 табл.

Изобретение относится к способу  
очистки 4-(Н-алкокси-С<sub>3</sub>-С<sub>5</sub>)-4-циано-  
1,1'-бифенилов - жидких кристалличес-  
ких компонентов для композиций, при-  
меняющихся в микроэлектронике.

Цель изобретения - повышение выхо-  
да целевого продукта.

Изобретение иллюстрируется следую-  
щими примерами, где 4-(Н-пропокси)-,  
4-(Н-бутокси)- и 4-(Н-амилокси)-4-  
циано-1,1'-бифенилы обозначены техни-  
ческими названиями ЖК-565, ЖК-566 и  
ЖК-560 соответственно. Под техничес-  
ким исходным продуктом понимается син-  
тезированный дегидратацией соответст-

вующей 4-алкокси-1,1'-бифенил-4-кар-  
боновой кислоты хлорокисью фосфора в  
среде диметилформамида целевой про-  
дукт, очищенный перегонкой в вакууме.

Пример 1. Раствор 4 кг тех-  
нического ЖК-565 в 56 кг н-гептана  
при перемешивании в течение 1 ч кипя-  
тят со смесью 0,8 кг безводного  $\gamma$ -ок-  
сида алюминия и 0,12 кг активирован-  
ного угля марки Norit, затем фильтру-  
ют его через горячий фильтр. К горя-  
чему фильтрату снова прибавляют 0,8 кг  
безводного  $\gamma$ -оксида алюминия, кипятят  
его в течение 1 ч при перемешивании,

(19) **SU** (11) **1683308** **A1**

РПФ

РПФ-К1



фильтруют через горячий фильтр и оставляют кристаллизироваться в течение 12-15 ч при 5-7°C и периодическом перемешивании. Полученные кристаллы отфильтровывают, отжимают и сушат при 20-25°C. Выход 2,8 кг (70%).

Данные анализа: кристаллы белого цвета, удельная электропроводимость при 76°C  $3,0 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 74,0-74,5°C, продукт соответствует требованиям ТУ 6-09-5328-87.

Пример 2. Раствор 4 кг технического ЖК-566 в 56 кг н-гептана при перемешивании в течение 1 ч кипятят со смесью 0,8 кг безводного  $\gamma$ -оксида алюминия и 0,12 кг угля марки Norit, фильтруют через горячий фильтр. К горячему фильтрату снова прибавляют 0,8 кг безводного  $\gamma$ -оксида алюминия, кипятят его в течение 1 ч при перемешивании, фильтруют через горячий фильтр, кристаллизуют, выделяют и сушат, как в примере 1. Выход 2,74-2,80 кг (68-70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 80°C  $2,1 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 78,0-78,5°C. Продукт соответствует ТУ-6-09-5329-87.

Пример 3. Раствор 4 кг технического ЖК-560 в 56 кг н-гептана кипятят при перемешивании в течение 1 ч со смесью 0,8 кг безводного  $\gamma$ -оксида алюминия и 0,12 кг угля марки Norit, фильтруют через горячий фильтр. К горячему фильтрату прибавляют 0,8 кг безводного  $\gamma$ -оксида алюминия, кипятят его при перемешивании в течение 1 ч, фильтруют через горячий фильтр. Продукт кристаллизуют, выделяют и сушат, как в примере 1. Выход 2,76 кг (69%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 56°C  $4,8 \cdot 10^{-10}$  См/см, т.пл. 53,0-53,5°C, температура прояснения 67,5-68,0°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5327-87.

Пример 4. Раствор 5 г технического ЖК-560 в 70 г н-гептана кипятят при перемешивании в течение 1 ч со смесью 1,5 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия и угля марки Norit в количестве 0,15 г, фильтруют через горячий фильтр. К горячему фильтрату прибавляют 1,5 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия, кипятят в течение 1 ч при перемешивании, фильтруют через горячий фильтр. Продукт кристаллизуют, выде-

ляют и сушат, как в примере 1. Выход 3,45 г (69%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 56°C  $4,6 \cdot 10^{-10}$  См/см, т.пл. 53,0-53,5°C, температура прояснения 67,5-68,0°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5327-87.

Пример 5 (сравнительный).

Раствор 5 г технического ЖК-560 в 70 г н-гептана кипятят при перемешивании в течение 1 ч со смесью 0,5 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия и 0,15 г угля марки Norit, фильтруют раствор через горячий фильтр. К горячему фильтрату прибавляют 0,5 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия, кипятят его при перемешивании в течение 1 ч, фильтруют через горячий фильтр, кристаллизуют, выделяют и сушат, как в примере 1. Выход 3,5 г (69%).

Данные анализа: кристаллы белого цвета с кремовым оттенком. Продукт не соответствует ТУ 6-09-5327-87.

Пример 6 (сравнительный).

Раствор 5 г технического ЖК-560 в 70 г н-гептана кипятят при перемешивании в течение 1 ч со смесью 1,0 г влажного  $\gamma$ -оксида алюминия и 0,15 г угля Norit, фильтруют его через горячий фильтр. К горячему фильтрату прибавляют 1,0 г влажного  $\gamma$ -оксида алюминия, кипятят его при перемешивании в течение 1 ч, фильтруют через горячий фильтр, кристаллизуют и выделяют продукт и сушат его, как в примере 1. Выход 3,4 г (68%).

Данные анализа: белые кристаллы с кремовым оттенком. Продукт не соответствует ТУ 6-09-5327-87.

Пример 7 (сравнительный).

Раствор 5 г технического ЖК-560 в 70 г н-гептана кипятят при перемешивании в течение 1 ч со смесью 1 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия и 0,15 г угля Norit, фильтруют его через горячий фильтр. К горячему фильтрату прибавляют 1 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия, кипятят его при перемешивании в течение 1 ч, фильтруют его через горячий фильтр и оставляют кристаллизироваться в течение 8 ч при 0°C и периодическом перемешивании. Продукт выделяют и сушат, как в примере 1. Выход 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 56°C  $5,7 \cdot 10^{-10}$  См/см. Продукт не соответствует ТУ 6-09-5327-87.



Пример 8. Раствор 5 г технического ЖК-565 в 32 г н-гептана кипятят при перемешивании в течение 60 мин с 1 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия, фильтруют его через горячий фильтр и оставляют охлаждаться при температуре 25°C и периодическом перемешивании в течение 3 ч. Образовавшиеся кристаллы отфильтровывают, отжимают, растворяют при кипячении в 25 г н-гептана, прибавляют к раствору 1 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия и кипятят его при перемешивании в течение 60 мин, фильтруют через горячий фильтр и оставляют кристаллизироваться при 25°C в течение 3 ч. Продукт выделяют и сушат, как в примере 1. Выход 3 г (60%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 76°C  $2,99 \cdot 10^{-10}$  См/см, т.пл. 74-75°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Пример 9 (сравнительный).

Раствор 5 г технического ЖК-560 в 100 г н-гептана кипятят в течение 30 мин с 0,5 г угля Norit, фильтруют через горячий фильтр, содержащий слой  $\gamma$ -оксида алюминия толщиной 15-17 мм, и оставляют на 12-15 ч при 25°C. Отфильтровывают хлопьевидный осадок и фильтрат оставляют кристаллизироваться при 0-5°C в течение 8 ч при периодическом перемешивании. Продукт выделяют и сушат, как в примере 1. Выход 1 г (20%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 56°C  $5,9 \cdot 10^{-10}$  См/см. Продукт не соответствует ТУ 6-09-5327-87.

Пример 10 (сравнительный).

Раствор технического ЖК-565 в 5 мл четыреххлористого углерода кипятят при перемешивании в течение 1 ч с 1 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия, фильтруют его через горячий фильтр, дают остыть до 25°C, вносят один кристаллик химически чистого ЖК-565. Продукт кристаллизуют и сушат, как в примере 1. Выход 2,6 г (52%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 76°C  $6,0 \cdot 10^{-9}$  См/см. Продукт не соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Пример 11. Раствор 5 г технического ЖК-565 в 70 г н-гептана кипятят при перемешивании в течение 90 мин со смесью 1 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия и 0,15 г угля Norit, фильтруют его через горячий фильтр. К горячему

фильтрату прибавляют 1 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия, кипятят его при перемешивании в течение 90 мин, фильтруют через горячий фильтр. Продукт кристаллизуют, выделяют и сушат, как в примере 1. Выход 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 76°C  $2,8 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 74,5-75,0°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Пример 12 (сравнительный).

Раствор 5 г технического ЖК-565 в 70 г н-гептана кипятят при перемешивании в течение 15 мин со смесью 1 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия и 0,15 г угля Norit, фильтруют его через горячий фильтр. К горячему фильтрату прибавляют 1 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия, кипятят при перемешивании в течение 15 мин и снова фильтруют через горячий фильтр. Продукт кристаллизуют, выделяют и сушат, как в примере 1. Выход 3,6 г (72%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 76°C  $4,1 \cdot 10^{-9}$  См/см. Продукт не соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Пример 13. Раствор 5 г технического продукта ЖК-565, или ЖК-566, или ЖК-560 в 70 г н-гептана кипятят при перемешивании в течение 1 ч со смесью 1 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия и 0,15 г угля Norit, фильтруют его через горячий фильтр. К горячему фильтрату прибавляют 1 г безводного  $\gamma$ -оксида алюминия, кипятят его при перемешивании в течение 1 ч, фильтруют через горячий фильтр и кристаллизуют в течение 12 ч при 5°C и периодическом перемешивании. Продукт выделяют и сушат, как в примере 1.

Выход ЖК-565 составляет 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 76°C  $2,6 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 74,0-74,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Выход ЖК-566 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 80°C  $3,1 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 78,0-78,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5329-87.

Выход ЖК-560 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 56°C  $4,2 \cdot 10^{-10}$  См/см, т.пл. 53,0-53,5°C, температура прояснения 67,0-68,0°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5327-87.



Пример 14. Раствор 5 г технического ЖК-565, или ЖК-566, или ЖК-560 в 70 г н-гептана очищают, как в примере 13, и кристаллизуют в течение 12 ч при 7°C и периодическом перемешивании. Продукт выделяют и сушат, как в примере 1.

Выход ЖК-565 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 76°C  $3,0 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 74,0-74,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Выход ЖК-566 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 80°C  $2,9 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 78,0-78,5°C.

Продукт соответствует ТУ 6-09-5329-87.

Выход ЖК-560 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 56°C  $4,4 \cdot 10^{-10}$  См/см, т.пл. 53,0-53,5°C, температура прояснения 67,0-67,5°C.

Продукт соответствует ТУ 6-09-5327-87.

Пример 15. Раствор 5 г технического ЖК-565, или ЖК-566, или ЖК-560 в 70 г н-гептана очищают, как в примере 13, и кристаллизуют в течение 12 ч при 10°C и периодическом перемешивании. Продукт выделяют и сушат, как в примере 1.

Выход ЖК-565 равен 3,31 г (66%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 76°C  $2,3 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 74,0-74,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Выход ЖК-566 равен 3,31 г (66%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 80°C  $2,9 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 78,0-78,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5329-87.

Выход ЖК-560 равен 3,31 г (66%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 56°C  $4,1 \cdot 10^{-10}$  См/см, т.пл. 53,0-53,5°C, температура прояснения 67,0-67,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5327-87.

Пример 16. Раствор 5 г технического ЖК-565, или ЖК-566, или ЖК-560 в 70 г н-гептана очищают, как в примере 13, и кристаллизуют в течение 15 ч при 5°C и периодическом перемешивании.

Продукт выделяют и сушат, как в примере 1.

Выход ЖК-565 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 76°C

$2,6 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 74,0-74,5°C.

Продукт соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Выход ЖК-566 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 80°C  $3,0 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 78,0-78,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5329-87.

Выход ЖК-566 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 80°C  $3,0 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 78,0-78,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5329-87.

Выход ЖК-560 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 56°C  $4,1 \cdot 10^{-10}$  См/см, т.пл. 53,0-53,5°C, температура прояснения 67,0-67,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5327-87.

Пример 17. Раствор 5 г технического продукта ЖК-565, или ЖК-566, или ЖК-560 в 70 г н-гептана очищают, как в примере 13, затем кристаллизуют в течение 15 ч при 7°C, выделяют и сушат, как в примере 1.

Выход ЖК-565 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 76°C  $2,4 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 74,0-74,5°C. Соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Выход ЖК-566 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 80°C  $3,3 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 78,0-78,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5329-87.

Выход ЖК-560 равен 3,5 г (70%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 56°C  $4,3 \cdot 10^{-10}$  См/см, т.пл. 53,0-53,5°C, температура прояснения 67,0-67,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5327-87.

Пример 18. Раствор 5 г технического ЖК-565, или ЖК-566, или ЖК-560 в 70 г н-гептана очищают, как в примере 13, и кристаллизуют в течение 15 ч при 10°C и периодическом перемешивании, выделяют и сушат, как в примере 1.

Выход ЖК-565 равен 3,32 г (66%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 76°C  $2,4 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 74,0-74,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Выход ЖК-566 равен 3,32 г (66%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при 80°C  $3,3 \cdot 10^{-9}$  См/см, т.пл. 78,0-78,5°C. Продукт соответствует ТУ 6-09-5329-87.



Выход ЖК-560 равен 3,32 г (66%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при  $56^{\circ}\text{C}$   $4,0 \cdot 10^{-10}$  См/см, т.пл.  $53,0-53,5^{\circ}\text{C}$ , температура прояснения  $67,0-67,5^{\circ}\text{C}$ .  
Продукт соответствует ТУ 6-09-5327-87.

Пр и м е р 19 (сравнительный).

Раствор технического ЖК-565, или ЖК-566, или ЖК-560 в 70 г н-гептана очищают, как в примере 13, и кристаллизуют в течение 12 ч при  $2^{\circ}\text{C}$ . Выделяют и сушат, как в примере 1.

Выход ЖК-565 равен 3,52 г (71%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при  $76^{\circ}\text{C}$   $3,1 \cdot 10^{-9}$  См/см. Продукт не соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Выход ЖК-566 равен 3,52 г (71%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при  $80^{\circ}\text{C}$  равна  $4,4 \cdot 10^{-9}$  См/см. Продукт не соответствует ТУ 6-09-5329-87.

Выход ЖК-560 равен 3,52 г (71%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при  $56^{\circ}\text{C}$  равна  $5,2 \cdot 10^{-10}$  См/см. Продукт не соответствует ТУ 6-09-5327-87.

Пр и м е р 20 (сравнительный).

Раствор 5 г технического ЖК-565, или ЖК-566, или ЖК-560 в 70 г н-пептана очищают, как в примере 13, и кристаллизуют в течение 15 ч при  $2^{\circ}\text{C}$  и периодическом перемешивании.

Выход ЖК-565 равен 3,52 г (71%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при  $76^{\circ}\text{C}$   $3,2 \cdot 10^{-9}$  См/см. Продукт соответствует ТУ 6-09-5328-87.

Выход ЖК-566 равен 3,52 г (71%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при  $80^{\circ}\text{C}$

$4,2 \cdot 10^{-9}$  См/см. Продукт не соответствует ТУ 6-09-5329-87.

Выход ЖК-560 равен 3,52 г (71%).

Данные анализа: белые кристаллы, удельная электропроводимость при  $56^{\circ}\text{C}$   $5,3 \cdot 10^{-10}$  См/см. Продукт соответствует ТУ 6-09-5327-87.

По сравнению со способом-прототипом (с известным способом) предлагаемый способ позволяет увеличить выход целевого продукта с 35-39 до 68-70% с одновременным улучшением его качества. В таблице представлены все операции по предлагаемому и известному способам и показан конечный итог очистки жидких кристаллов.

#### Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ очистки 4-(н-алкокси- $\text{C}_3-\text{C}_5$ )-4-циано-1,1'-бифенилов кипячением раствора перегнанного в вакууме технического продукта в н-гептане в присутствии активированного угля марки Norit при перемешивании с последующей фильтрацией и кристаллизацией при охлаждении, с использованием безводной  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , отличающийся тем, что, с целью повышения выхода целевого продукта, используют технический продукт и н-гептан при их массовом соотношении 1:14 и кипячение ведут в присутствии  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  при процентном соотношении активированного угля и  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  3:(20-30) от массы исходного продукта в течение 1-1,5 ч с добавлением к полученному фильтрату 20-30%  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  в расчете на исходный продукт и кипятят в течение 1-1,5 ч, фильтруют и кристаллизацию ведут при  $5-10^{\circ}\text{C}$  в течение 12-15 ч.



Операция	Известный способ	Предлагаемый способ
Исходное вещество	Технический ЖК-560, или ЖК-565, или ЖК-566	Технический ЖК-560, или ЖК-565, или ЖК-566
н-Гептан, в массовом соотношении с техническим ЖК	10:1	14:1
Адсорбент, % от массы технического ЖК	Активированный уголь Norit 10-15%	Безводная $\gamma$ - $Al_2O_3$ , 20-30% + 3% угля Norit при первой операции кипячения
Число операций кипячения	2	2
Время кипячения при перемешивании, ч	0,5	1-1,5
Фильтрование	Через слой толщиной 15-17 мм на горячем фильтре	Через горячий фильтр без слоя
Путь горячего фильтрата	Направляют на первую кристаллизацию	Подвергают повторному кипячению при перемешивании в течение 1-1,5 ч с 20-30% $\gamma$ - $Al_2O_3$ , фильтруют через горячий фильтр без слоя и направляют на кристаллизацию
Условия кристаллизации	Температура 0-5°C в течение 8 ч	Температура 5-10°C в течение 12-15 ч
Число кристаллизаций	2	1
Выход, %	35-39	68-70
Число целевых продуктов	Не содержат микропримеси, соответствуют ТУ	Не содержат микропримеси, соответствуют ТУ

Составитель М. Меркулова

Редактор Е. Хорина

Техред М. Моргентал

Корректор А. Обручар

Заказ 3837/ДСП

Тираж

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101