

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

59226

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 02.VI.1967 (P 120 882)

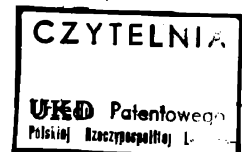
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 5.III.1970

Kl. 12 i, 33/10

MKP C 01 b

33/10



Twórca wynalazku: doc. dr inż. Władysław Augustyn

Właściciel patentu: Politechnika Śląska (Katedra Chemii Ogólnej B),
Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania grubokrystalicznego fluorokrzemianu potasowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania grubokrystalicznego fluorokrzemianu potasowego dającego się łatwo dekantować i przemywać.

Znana jest metoda według której fluorokrzemian potasowy wytwarza się z kwasu fluorokrzemowego działaniem soli potasowej, przy czym otrzymuje się kleistą zawiesinę bardzo drobnych kryształów, których oddzielenie od ługu poreakcyjnego następuje wielkie trudności. Trudności takich nie następuje wytrącanie fluorku sodowego. Z tych względów jak i z powodu braku szerszego zastosowania, fluorokrzemian potasowy wytwarzany jest rzadko i w małej skali. Powszechnie natomiast produkowany jest z kwasu fluorokrzemowego fluorokrzemian sodowy, znany półprodukt fluorowy.

Z badań, które przeprowadzono nad możliwościami przemysłowego wykorzystania fluorokrzemianu potasowego okazało się, że jest on bardzo korzystnym materiałem wyjściowym przy otrzymywaniu szeregu fluorków jak również niektórych ważnych związków potasu. Dla niektórych produkcji przedstawia on większą wartość jako materiał wyjściowy aniżeli np. fluorokrzemian sodowy.

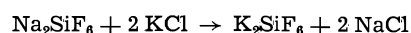
Wiadomo, że fluorokrzemian potasowy jako trudniej rozpuszczalny od fluorokrzemianu sodowego można otrzymać przez zmieszanie nasyconego roztworu fluorokrzemianu sodowego z roztworem soli potasowej o odpowiednim stężeniu. Powstający wtedy osad fluorokrzemianu potasowego dobrze się sący.

2

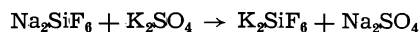
Z uwagi jednak na małą rozpuszczalność fluorokrzemianu sodowego, która zależy od temperatury wynosi (w zakresie temperatury 20—100°C) tylko 6—24 g/l, taki układ reakcyjny posiada bardzo wielką objętość i dlatego nie może być stosowany w przemyśle. Poza tym w roztworze pokonwersyjnym pozostaje wielka część jonu fluorokrzemianowego a przez to wydajność konwersji jest mała. Na podstawie badań przeprowadzonych nad konwersją stwierdzono, że można ją przeprowadzić przez działanie stężonym roztworem soli potasowej na stały fluorokrzemian sodowy przez co objętość układu reakcyjnego ulega wielokrotnemu zmniejszeniu.

Okazało się przy tym, że powstający wtedy fluorokrzemian potasowy można bardzo łatwo odseparować od środowiska reakcyjnego.

Sposób według wynalazku polega na ogrzewaniu fluorokrzemianu potasowego w stanie zawiesiny w roztworze chlorku lub siarczanu potasowego w warunkach intensywnego mieszania. Zachodzi wtedy reakcja:



albo



Przemiana będzie do stanu równowagi określonej w danej temperaturze stężeniami wszystkich występujących w roztworze soli.

Proces najkorzystniej jest prowadzić w temperaturze bliskiej 100° przy niskim pH w ten sposób, że do zawiesiny fluorokrzemianu w wodzie wprowadza się stałą sól potasową, chlorek lub siarczan albo stężony roztwór tych soli w takiej ilości aby wyjściowy skład był w przybliżeniu następujący: Na_2SiF_6 — 100 g, KCl — 100 g, H_2O — 800 — 1000 g. Zgodnie z tym równoważnikowy nadmiar jonu potasowego w stosunku do jonu sodowego w układzie reakcyjnym winien wynosić co najmniej około 12—18%. W przypadku użycia do reakcji siarczanu potasowego należy zastosować takie same proporcje równoważnikowe.

Zawiesinę reakcyjną podgrzewa się żywą parą do temperatury 80—100° i po ewentualnym lekkim zakwaszeniu przy ustawicznym, intensywnym mieszaniu utrzymuje w tych warunkach zależnie od stopnia rozcieńczenia układu wodą od 1—3 godzin. W rezultacie otrzymuje się grubokrystaliczny, fluorokrzemian potasowy, który po zatrzymaniu mieszadła opada bardzo szybko na dno naczynia. Po opadnięciu kryształów, które w warstwie roztworu o wysokości 1-go metra trwa tylko kilkanaście minut, ług porekacyjny zlewa się, po czym osad myje się dekantacyjnie wodą.

Dzięki małej rozpuszczalności fluorokrzemianu potasowego, która przy końcu konwersji jest jeszcze zmniejszana znacznym stężeniem soli potasowej, wymagany ze względów równowagowych

jak i dzięki temu, że do mycia dekantacyjnego stosuje się wodę zimną, mało rozpuszczającą fluorokrzemian potasowy, straty tego związku są w procesie małe, rzędu 3—4%.

Konwersję fluorokrzemianu sodowego można prowadzić również przy użyciu soli potasowej znacznie zanieczyszczonej solami sodowymi i magnezowymi. W tym przypadku należy układ reakcyjny zestawiać w ten sposób, aby zawartości soli sodowych i potasowych były takie jakie wynikają z podanego wyżej składu roztworu po pełnym przejściu fluorokrzemianu sodowego we fluorokrzemian potasowy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania grubokrystalicznego fluorokrzemianu potasowego przez działanie solą potasową na fluorokrzemian sodowy **znamienny tym**, że sporządza się zawiesinę reakcyjną złożoną ze stałego fluorokrzemianu sodowego i roztworu soli potasowej czystej lub zanieczyszczonej solami sodowymi i magnezowymi, którą utrzymuje się w temperaturze 80—100°C przy intensywnym mieszaniu, przy czym sól potasową stosuje się w równoważnikowym nadmiarze co najmniej 12—18% w stosunku do soli sodowej zawartej w układzie reakcyjnym, po czym wytrącony krystaliczny produkt oddziela się od roztworu.