



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240 051

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 21 05 84  
(21) PV 3803-84

(51) Int. Cl.  
C 01 B 7/19/

(40) Zveřejněno 13 06 85  
(45) Vydáno 01 07 87

(75)  
Autor vynálezu

HRUBÝ VÁCLAV ing., DUCHCOV;  
WILDOVÁ JANA;  
ŠNAJDR PETR, ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob přípravy kyseliny fluorovodíkové

Způsob přípravy kyseliny fluorovodíkové zvláště čisté ze 40 až 50 é kyseliny fluorovodíkové destilací v oxidačním prostředí za přítomnosti fluoridu sodného, který při destilaci váže síranové ionty v destilátu a tím umožňuje získat kyselinu fluorovodíkovou zvláště čistou i ze suroviny obsahující značné množství nečistot zvláště SO<sub>2</sub> v As.

240 051

Vynález se týká způsobu přípravy kyseliny fluorovodíkové zvláště čisté ze 40 až 50% kyseliny fluorovodíkové destilací v oxidačním prostředí. Kyselina fluorovodíková zvláště čistá je důležitou surovinou pro mikroelektroniku, jež klade vysoké nároky na čistotu použitých surovin.

V současné době se kyselina fluorovodíková vyrábí rozkladem kazivce ( $\text{CaF}_2$ ) kyselinou sírovou a nebo oleem za vzniku plynného fluorovodíku, který obsahuje nečistoty v závislosti na znečištěné použitého kazivce. Pokud se k rozkladu použije olea, vzniká bezvodý fluorovodík, jinak obsahuje určité množství vody. Kondenzací vzniká buďto bezvodý fluorovodík nebo vysoce koncentrovaná kyselina fluorovodíková, jejíž rektifikací se získá bezvodý fluorovodík technické čistoty. Destilací bezvodého fluorovodíku a pohlcením jeho par v demineralizované vodě se získá 40 až 50% kyselina fluorovodíková s obsahem nečistot v množství 1 až 10 mg arzenu na kg kyseliny fluorovodíkové, a 1 až 10 mg siřičitanových iontů na kg kyseliny fluorovodíkové. Destilací této kyseliny v oxidačním prostředí se získá kyselina fluorovodíková <sup>č</sup>zářená až na nepatrné stopy veškerých nečistot. Nevýhodou tohoto postupu je skutečnost, že pokud 40 až 50% kyselina fluorovodíková obsahuje větší množství nečistot zvláště siřičitanových iontů, oxidací převedených

na síranové ionty, přecházejí tyto síranové ionty při destilaci částečně do destilátu.

Nevýhodu současného stavu odstraňuje způsob přípravy kyseliny fluorovodíkové zvláště čisté získané destilací 40 až 50% kyseliny fluorovodíkové v oxidačním prostředí podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že destilace se provádí za přítomnosti fluoridu sodného v množství 15 až 750 mg na kg kyseliny fluorovodíkové. Přítomný fluorid sodný váže síranové ionty při destilaci v roztoku. Tento způsob výroby umožňuje získat kyselinu fluorovodíkovou zvláště čistou s velmi nízkým obsahem iontových nečistot i ze suroviny obsahující značné množství nečistot zvláště  $\text{SO}_2$  a As.

#### Příklad 1

4 400 g 40% kyseliny fluorovodíkové s obsahem 8,4 mg arsenu na kg kyseliny fluorovodíkové vedle dalších stopových nečistot bylo chemicky upraveno 145 ml roztoku (2% manganistan draselný + 1,5% fluorid sodný), nadávkováno do destilačního reaktoru vylázaného teflonem a destilováno za atmosferického tlaku; <sup>teplota</sup> varu 112 °C. Při destilaci byla kapalina i páry ve styku pouze s umělými hmotami - teflon, polypropylen, polyetylen. Bylo získáno 4 000 g kyseliny fluorovodíkové vysoce čisté s tímto obsahem nečistot: obsah arsenu méně než 0,05 mg na kg kyseliny fluorovodíkové a obsah síranových iontů méně než 10 mg na kg kyseliny fluorovodíkové.

#### Příklad 2

39 kg 50% kyseliny fluorovodíkové s obsahem 6,4 mg arsenu na kg kyseliny fluorovodíkové vedle dalších stopových nečistot, bylo chemicky upraveno 600 ml roztoku (2% manganistanu draselného + 1,5% fluorid sodný) a destilováno za stejných podmínek jako v příkladě 1. Chemicky upravená 50% kyselina fluorovodíková byla kontinuálně dávkována do reaktoru a destilací bylo získáno

38,2 kg kyseliny fluorovodíkové zvláště čisté s tímto obsahem nečistot:

obsah arsenu méně než 0,05 mg na kg kyseliny fluorovodíkové a obsah síranových iontů méně než 10 mg na kg kyseliny fluorovodíkové.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

240 051

Způsob přípravy kyseliny fluorovodíkové zvláště čisté získané destilací 40 až 50% kyseliny fluorovodíkové v oxidačním prostředí vyznačený tím, že destilace se provádí za přítomnosti fluoridu sodného v množství 15 až 750 mg na kg kyseliny fluorovodíkové.