



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 829565

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 15.06.79 (21) 2790656/23-26

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 15.05.81, Бюллетень № 18

Дата опубликования описания 17.05.81

(51) М. Кл.³

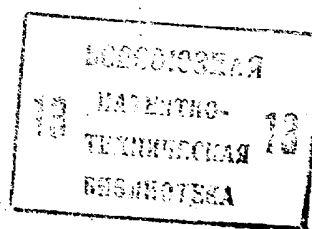
С 01 D 3/02

(53) УДК 661.832.
.361(088.8)

(72) Автор
изобретения

С. Л. Кравцов

(71) Заявитель



(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФТОРИСТОГО КАЛИЯ

1

Изобретение относится к способам получения неорганических фтористых солей и может быть использовано для получения фтористого калия безводного как технического, так и реактивной квалификации.

Известен способ получения фтористого калия путем взаимодействия хлористого калия и кремнефтористоводородной кислоты по реакции $K_2SiF_6 + 4KOH \rightarrow 6KF + SiO_2 + 2H_2O$. Получают безводный продукт с выходом 99% и содержанием основного вещества 99,7%.

Однако данный способ обладает недостатком высоким выходом продукта и наличием сложной операции полного отделения образующейся двуокиси кремния от продукта.

Известен также способ получения фтористого калия путем взаимодействия 10-20% раствора гидроокиси калия с газообразным фтористым водородом. В реактор-нейтрализатор заливают дистиллированную воду, на

2

него устанавливают барабан с едким калием, в отверстие его вставляется форсунка и циркуляцией дистиллированной воды насосом щелочь вымывают до концентрации 10-20%. Затем под слой раствора подают газообразный фтористый водород. Операцию вымывания щелочи и нейтрализации ее фтористым водородом производят несколько раз. Раствор (расплав) калия фтористого двухводного насосом подают в отстойник. Шлак периодически вымывают водой и сливают в канализацию кислых стоков. После отстоя раствор подают на фильтрацию на нутч-фильтр и собирают в сборнике. Расплав калия фтористого двухводного самотеком поступает на кристаллизацию в кристаллизатор барабанного типа, вращающийся в ванне. Хладоносителем в процессе кристаллизации является рассол с $-15^{\circ}C$, подаваемый во вращающийся барабан. Температуру плава в ванне кристаллизато-

5

10

15

20

ра поддерживают в пределе 30-50°C изменением количества горячей воды, подаваемой в рубашку ванны. За-кристаллизовавшийся плав калия фтористого двухводного ножами срезают с поверхности барабана и по лотку подают на отжим в центрифугу. Перелив из ванны кристаллизатора осуществляют в емкость, откуда насосом расплав возвращают в сборник. Маточный раствор после отжима собирают в сборнике и насосом передают в реактор, где вместе с дистиллированной водой используют для вымывания щелочи. Получают готовый продукт $KF \cdot 2H_2O$, выход по HF 57%, по KOH - 54%. Чистота целевого продукта марки ч. - 98,5%, марки ч.д.а - 99,5%.

Недостаток этого способа - невозможность получения безводного целевого продукта, низкий выход продукта и длительность процесса (60 ч).

Цель изобретения - получение безводного продукта, повышение выхода продукта по KOH до 99,7%, по HF до 99,4% и сокращение времени процесса до 10-15 ч.

Поставленная цель достигается предлагаемым способом получения фтористого калия, заключающимся во взаимодействии раствора гидроокиси калия с фтористым водородом и фильтрации полученного раствора, причем гидроокись калия берут с массовой долей 50-65%, взаимодействие ведут при 60-100°C и pH = 7,5-9,5, а после фильтрации раствор упаривают досуха.

Верхний предел концентрации гидроокиси калия в водном растворе ограничивается его растворимостью в воде при температурах осуществления синтеза (49% при 0°C, 65% при 100°C). Снижение содержания гидроокиси калия в растворе (менее 50 мас.%) ведет к значительному повышению времени процесса. Верхний предел температуры ограничивается температурой кипения растворов, а нижний (не менее 60°C) определяется фазовым составом, что осложняет возможность получения безводной соли. Ниже 60°C имеет еще место частичное образование кристаллогидрата. Увеличение количества образующейся водной соли, выпадающей из раствора в виде расплава, способствует понижению pH раство-

ра в процессе нейтрализации. Более низкий pH раствора, чем 7,5, приводит (вследствие неравномерности смешения реагентов) и к частичному образованию фтористого калия кислого ($KF \cdot HF$), в результате чего снижается выход продукта. Поддержание pH в процессе нейтрализации и в конце реакции выше 9,5 не является необходимостью (с точки зрения получения фтористого калия в виде безводной соли), кроме того, излишнее содержащее щелочи в растворе сокращает продолжительность работы катионитного фильтра до его регенерации. Осуществление катионитной очистки раствора перед направлением его в распылительную сушилку обеспечивает получение соли весьма высокой чистоты, в том числе и полностью свободной от примеси гидроокиси калия.

Сушку продукта осуществляют при температуре не ниже 100°C, так как удаление кристаллизационной воды из соли при температуре ниже 100°C (даже под вакуумом) весьма затруднено. Верхним пределом сушки является температура не выше 300-350°C, выше которой имеет место значительная термическая диссоциация соли (KF).

Пример. В емкость с дистиллированной водой загружают твердую гидроокись калия. Полученный водный раствор с массовой долей 64-65% проходит через фильтры, где отделяют механические примеси и центробежным насосом непрерывно подают в ферреактор, работающий в турбулентном режиме. Перед входом в ферреактор раствор смешивают с фтористым водородом, подаваемым в виде жидкости или газа. Перемешивание в реакторе осуществляют с помощью циркуляционного насоса. Теплоту, выделяющуюся в процессе реакции, отводят за счет тепла испаряющейся воды, которую вместе с примесью фтористого водорода конденсируют в обратных конденсаторах и возвращают в ферреактор. Температуру в ферреакторе поддерживают (за счет испарения воды и охлаждения потока в циркуляционном контуре) равной 95-100°C. Остаточное давление в системе поддерживают при этом равным 450-760 мм рт.ст. Полученный раствор фтористого калия непрерывно отводят в реакторы,

работающие в непрерывном или циклическо-непрерывном режиме. Температуру в реакторе поддерживают 95-100°C и pH в пределах 8,5-9,0. pH корректируют введением фтористого водорода или раствора гидроксида калия. Раствор с pH 8,5-9,0 проходит фильтры, где отделяют нерастворимые и механические примеси, и поступает в сборник. Для получения безводной соли (фтористого

калия безводного) температуру в сборнике поддерживают 95-100°C. Раствор из сборника циркуляционным насосом подают в испарительную сушилку. Распыление и сушку осуществляют с помощью нагретого до 250-350°C воздуха.

Данные по выходу продукта в зависимости от массовой доли раствора гидроксида калия, температуры и pH процесса приведены в таблице.

Условия получения			Взято, г		Получено, г	Выход фтористого калия, мас. %	Содержание в продукте, мас. %		
Содержание гидроксида калия в растворе, мас. %	Температура реакции, °С	pH раствора	гидроксида калия	фтористого водорода					
64-65	95-100	8,5-9,0	98,0	35,3	100,9	99,4	99,1	99,9	≤ 0,1
50	95-100	8,5-9,0	111,0	36,5	114,0	99,2	99,0	99,6	"
64-65	60-65	8,5-9,0	103,0	37,3	105,5	98,9	98,6	99,0	"
64-65	85-90	8,5-9,0	101,0	36,2	104,3	99,7	99,4	99,7	"
64-65	95-100	7,5-8,0	100,0	36,4	101,8	98,3	98,0	98,8	"
64-65	95-100	8-8,5	100,0	36,0	102,7	99,2	99,1	99,5	"
64-65	95-100	9-9,5	97,0	35,1	99,3	98,9	98,6	99,1	"

Предлагаемый способ позволяет получать безводный продукт с содержанием воды $\leq 0,1\%$, повысить выход продукта и сократить время процесса с 60 ч до 10-15 ч.

Формула изобретения

Способ получения фтористого калия путем взаимодействия раствора

гидроокиси калия с фтористым водородом и фильтрации полученного раствора, отличающийся тем, что, с целью получения безводного продукта, повышения его выхода и сокращения времени процесса, гидроокись калия берут с массовой долей 50-65%, взаимодействие ведут при 60-100°C и pH=7,5-9,5, а после 5 10 фильтрации раствор упаривают досуха.

Составитель Л. Ситнова

Редактор Т. Гыршкан Техред Е. Гавриленко Корректор В. Бутяга
Заказ 3609/71 Тираж 505 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий

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

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4