

**Рис. 1.** Зависимость влияния окислителя на процесс разложения раствора  $H_2C_2O_4$  (0,1 н  $KMnO_4$ )

- изучение возможности окисления щавелевой кислоты с примесями.

В лабораторных условиях был проведен опыт по окислению свежеприготовленного раствора щавелевой кислоты, концентрацией 0,2 г/л, 0,1 н перманганатом калия в 2 н сернокислой среде с помощью потенциометрического титрования (Рисунок 1). Потенциометрическая установка состоит из: магнитной мешалки, индикаторного электрода, электрода сравнения и прибора для измерения ЭДС (Рисунок 2).

Скачки на рисунке 1 связаны с сильным влиянием окислителя, что требует значительного



**Рис. 2.** Схема потенциометрической установки

времени для достижения равновесия. Оттитрованный раствор имел светло-розовый оттенок, что говорит об окислении щавелевой кислоты.

Результаты эксперимента могут стать основой для создания эффективного способа окисления щавелевой кислоты в промышленных условиях.

### Список литературы

1. Матюха В. А. Оксалаты редкоземельных элементов и актиноидов. – Новосибирск: Издательство Сибирского отделения Российской академии наук, 2008. – 3 с.
2. Тураев Н. С., Жерин И. И. // Химия и технология урана. – Москва: Издательство «Руда и Металлы», 2006. – 318 с.

## ПОЛУЧЕНИЕ ФТОРИДА ЛИТИЯ

С. И. Дергачев

Научный руководитель – к.т.н., доцент отделения ЯТЦ Ф. А. Ворошилов

ФГАОУ ВО Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
634050, sid6@tpu.ru

В связи с развитием технологии производства малогабаритных жидкосолевых реакторов возникает потребность получения высокочистого фторида лития.

В данной работе были поставлены цели: оценить эффективность использования в качестве исходных веществ  $LiOH$  и  $Li_2CO_3$ , а также

определить выход продукта реакции в зависимости от избытка плавиковой кислоты и проанализировать изменение количества примесей в продукте реакции от исходных реагентов.

При действии плавиковой кислоты на гидроксид лития протекает следующая реакция:

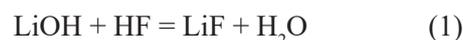
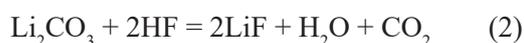


Таблица 1. Содержание примесей

Примеси, %	Al	Fe	K	Pb	Mg	Si	Ca	Cu	Cr
LiOH	0,1679	0,0045	0	0,0005	0	0	0,0930	0,0023	0
LiF	0,1668	0,2868	1,2024	0,0071	0	0	0,0913	0,0654	0

При действии плавиковой кислоты на карбонат лития протекает следующая реакция:



Для первого эксперимента были взяты навески LiOH  $m = 15,2$  г,  $\text{Li}_2\text{CO}_3$   $m = 14,0$  г, и плавиковая кислота  $V = 70$  и  $47$  мл соответственно.

Масса полученных фторидов должна составлять:

$$n_{(\text{LiOH})} = 15,2/24 = 0,63 \text{ моль} \quad (3)$$

$$m_{(\text{LiF})} = 0,63 \cdot 26 = 16,38 \text{ г} \quad (4)$$

$$n_{(\text{Li}_2\text{CO}_3)} = 14/74 = 0,19 \text{ моль} \quad (5)$$

$$m_{(\text{LiF})} = 0,19 \cdot 2 \cdot 26 = 9,9 \text{ г} \quad (6)$$

На практике же, после проведения стадий осаждения, фильтрации и сушки,  $m$  LiF =  $8,0$  и  $7,0$  г соответственно, из чего можно сделать вывод, что получение фторида лития из карбоната более выгодный процесс с точки зрения процентного выхода продукта, а также из-за удобства наблюдения за ходом процесса. Если же удастся добиться выхода продукта из LiOH не менее  $70$  %, то использование его в качестве реагента перспективнее, ввиду большей максимальной массы продукта.

Для второго эксперимента были взяты три навески LiOH в количестве  $2$  г, с чистотой, соответствующей ТУ 60903763-85, после чего растворены в дистиллированной воде объемом  $16,4$  мл при комнатной температуре. После полного растворения в образцы была добавлена HF ( $38$  %), чистая, следующих объемов  $4,4$ ,  $6,4$  и

$10$  мл. Растворы отфильтровали, промыли  $1$  % раствором плавиковой кислоты, и осадки сушили в две стадии в печи для удаления остаточной влаги ( $< 100$  °C) и избытка HF ( $< 150$  °C). Необходимость сушки в две стадии обусловлена возможностью гидролиза влажного фторида лития при высоких температурах с образованием гидроксида и карбоната, в частности по реакциям 7 и 8, что снижает качество продукта [1]:



В результате были получены порошки следующих масс:  $0,72$ ,  $0,76$  и  $0,87$  г. Данные результаты показывают, что для получения лучшего выхода необходим избыток кислоты не менее  $30$  % от стехиометрии.

Анализ примесей проводился на рентгенофлуоресцентном спектрометре ARL ThermoScientific QUANT'X, результаты представлены в таблице 1.

По результатам анализа РФЛА видно, что количество таких примесей как: Fe, K, Cu, Pb увеличилось. Это может быть связано с недостаточной чистотой HF, влиянием атмосферы в печи при сушке, или концентрированием веществ в меньшем объеме продукта.

В результате работы можно установить, что для получения наилучшего результата по получению фторида лития, рекомендуется использовать  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  с избытком плавиковой кислоты минимум  $30$  % от стехиометрии, получаемый при этом выход продукта составляет  $\approx 71$  %.

### Список литературы

1. Патент RU 2 330 811 Российская Федерация, С2. Способ получения высокочистого фторида лития / И. В. Шемякина, С. В. Шемякин; заявитель и патентообладатель

ООО «Новосибирский завод химконцентратов» (RU) – № 2006107861/15; заявлено 13.03.2006; опубликовано 10.08.2007.