

Ewa MLECZKOWSKA, Jerzy KUBALA,
Tadeusz PUKAS

Instytut Chemii i Technologii
Nieorganicznej

OTRZYMYWANIE FLUOROKRZEMIANU SODOWEGO WYSOKIEJ CZYSTOŚCI

Streszczenie. Otrzymano fluorokrzemian sodowy wysokiej czystości na drodze konwersji $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ i NaCl o odpowiedniej czystości. Fluorokrzemian amonowy oczyszczano przez sublimację, a chlorek sodowy w procesie ekstrakcji i strącania gazowym HCl. Analiza spektrograficzna wykazała obecność następujących zanieczyszczeń:

$$\text{Al} - 1 \cdot 10^{-5}\%, \quad \text{Ca} - 1 \cdot 10^{-5}\%$$

W związku z zainteresowaniem przemysłu elektronicznego fluorokrzemianem sodowym wysokiej czystości opracowano metodę jego otrzymywania.

Fluorokrzemian sodowy powstaje w reakcji NaCl, Na_2SO_4 lub innych soli sodowych z kwasem fluorokrzemowym [1,2]. Biorąc pod uwagę trudności związane z oczyszczaniem kwasu fluorokrzemowego metoda ta nie wydawała się odpowiednią do otrzymywania Na_2SiF_6 wysokiej czystości. Przeprowadzono więc konwersję fluorokrzemianu amonowego z różnymi solami sodowymi w celu uzyskania najlepszej wydajności Na_2SiF_6 . Fluorokrzemian amonowy oczyszczało skutecznie na drodze sublimacji.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Odczynniki:

Kwas fluorokrzemowy 40% cz. prod. PPH "POCh".

1 N roztwór amoniaku

Otrzymano przez nasycenie gazowym amoniakiem wody podwójnie destylowanej i rozcieńczenie wodą do odpowiedniego stężenia.

Chlorek sodowy wysokiej czystości.

Alkohol etylowy cz.d.a. destylowany, 30%-owy roztwór.

1. Otrzymywanie fluorokrzemianu amonowego

Do 1/3 objętości kwasu fluorokrzemowego dodawano 1 N roztwór amoniaku do pH ok. 8,5, intensywnie mieszając, następnie wprowadzano pozostałe 2/3 objętości H_2SiF_6 i ogrzewano przez 15 minut. Powstały w wyniku rozkładu H_2SiF_6 kwasu krzemowy odwirowywano i klarowny roztwór zagęszczano do pc-

jawienia się osadu fluorokrzemianu amonowego. Następnie roztwór ten chłodzono w temperaturze ok. 0°C i sprawdzano na całkowitą strącania. Po odsączeniu osadu $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ przemywano go dwukrotnie podwójnie destylowaną wodą i 30%-owym roztworem alkoholu etylowego, po czym suszono w temperaturze 60°C .

Fluorokrzemian amonowy oczyszczano na drodze sublimacji pozostawiając ok. 10% nieprzesublimowanej substancji, w której zawarta była większość zanieczyszczeń. Analiza spektrograficzna sublimowanego $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ wykazała śladowe ilości Mg i B.

2. Otrzymywanie fluorokrzemianu sodowego

Fluorokrzemian amonowy rozpuszczano w wodzie dejonizowanej, usuwano powstą w wyniku hydrolizy kwas krzemowy i klarowny przesącz zadawano nasyconym roztworem chlorku sodowego wysokiej czystości [3] do zaprzestania wydzielania się osadu Na_2SiF_6 .

Stosowano 50%-owy nadmiar NaCl w stosunku do ilości stechiometrycznej. Strącony fluorokrzemian sodowy przemywano wodą dejonizowaną do zaniku reakcji na jony chlorkowe, a następnie 30%-owym roztworem alkoholu etylowego oraz suszono w temperaturze 100°C .

3. Analiza fluorokrzemianu sodowego

Zanieczyszczenia w Na_2SiF_6 oznaczano ilościowo metodą spektrograficzną, stosując wzorce sporządzane w następujący sposób: 1 g fluorokrzemianu sodowego rozpuszczano w wodzie, dodawano odpowiednie ilości roztworów oznaczanych pierwiastków i uzupełniano wodą do stałej objętości. Roztwory wzorców odparowywano do sucha i starannie homogenizowano. Zdjęcia spektrograficzne wykonywano na spektrografie średniej dyspersji Q-24 - szerokość szczeliny 0,015 mm na kliszach Spektral-Platten Blau Hart ORWO. W kraterze elektrody grafitowej firmy Elektrokarbon-Topolčany umieszczano ok. 40 mg wzorca, jako katodę stosowano stożkowo zakończoną elektrodę węglową. Źródłem wzbudzenia był łuk prądu stałego o natężeniu 6 A, a czas naświetlania wynosi 45 sec.

Krzywe analityczne sporządzano w układzie współrzędnych

$$\Delta P, \lg c$$

gdzie:

ΔP - różnica między przekształconym zaczernieniem linii analitycznej oznaczanego pierwiastka i tła, a zaczernieniem tła,

c - stężenie wprowadzanych zanieczyszczeń.

Tablica 1

Zestawienie linii analitycznych
oraz czułość oznaczanych pierwiastków

Ip.	Pierwiastek oznaczany	Długość linii nm	Czułość oznaczenia %
1	Al	309,271	$1 \cdot 10^{-5}$
2	Ca	422,673	$1 \cdot 10^{-5}$
3	Co	345,351	$1 \cdot 10^{-3}$
4	Cu	324,754	$1 \cdot 10^{-5}$
5	Fe	302,064	$1 \cdot 10^{-4}$
6	Mn	279,482	$5 \cdot 10^{-4}$
7	Ni	341,477	$1 \cdot 10^{-3}$
8	Pb	283,307	$5 \cdot 10^{-4}$

Zawartość zanieczyszczeń w Na_2SiF_6 : Al - $1 \cdot 10^{-5}\%$, Ca - $1 \cdot 10^{-5}\%$. Pozostałe pierwiastki występują w próbce w ilości mniejszej niż można je stwierdzić według opisanej wyżej metody.

LITERATURA

- [1] Anosow W.J., Chirkow S.K.: *Ž. Prikt. Chim.* 7, 503 (1934).
 [2] Worthington K.K., Haring M.M.: *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.* 2, 7 (1931).
 [3] Mieczkowska E., Kubala J., Pukas T.: *Zesz. Nauk. Pol. Śl. Chemia.*

ПОЛУЧЕНИЕ ФТОРОСИЛИКАТА НАТРИЯ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Резюме

Получен фторосиликат натрия высокой чистоты конверсией $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ и NaCl . Проведена очистка фторосиликата аммония методом сублимации, а хлорида натрия экстракции и осаждения газовым HCl . Спектральный анализ полученного Na_2SiF_6 доказал присутствие следующих примесей: алюминий - $1 \cdot 10^{-5}\%$, кальций - $1 \cdot 10^{-5}\%$.

OBTAINING OF HIGH PURITY SODIUM FLUOROSILICATE

Summary

High purity sodium fluorosilicate has been obtained by the reaction of $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ with NaCl , both reactants having satisfactory purity. The ammonium fluorosilicate has been purified by sublimation, whereas sodium chloride by extraction and precipitation by means of gaseous HCl .

The spectrographical analysis of Na_2SiF_6 has indicated the presence of the following impurities: $\text{Al} - 1 \cdot 10^{-5}\%$, $\text{Ca} - 1 \cdot 10^{-5}\%$.