



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКЗ №

(19) **SU** (11) **1607318** **A1**

(51) **С 01 В 35/12**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГИИТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4469416/23-26

(22) 29.07.88

(71) Днепропетровский институт инже-
неров железнодорожного транспорта
им. М.И.Калинина

(72) В.Н.Плахотник, Н.Е.Сорока,
В.В.Тульчинский, И.П.Гуливец,
Е.И.Бондарь, И.П.Захаров, В.Л.Никонов
и В.С.Дубасова

(53) 661.65 (088.8)

(56) Авторское свидетельство СССР
№ 1110104, кл. С 01 В 35/12, 1983
(непубл.).

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕТРАФТОРБОРАТА
ЛИТИЯ

(57) Изобретение относится к полу-
чению тетрафторбората лития, который
находит широкое применение как ионо-
генный компонент в химических источ-
никах тока, в качестве катализатора
полимеризации бутадиена, для отверж-
дения эпоксидных смол, для получения

2
трехфтористого бора. Раствор тетра-
фторборной кислоты нейтрализуют кар-
бонатом лития. Полученный кислый
раствор LiBF_4 упаривают, охлаждают,
кристаллизуют моногидрат тетрафтор-
бората лития. Кристаллы подвергают
термолизу при $110-160^\circ\text{C}$ в течение
5-6 ч в реакторе при атмосферном дав-
лении, постоянном перемешивании и из-
мельчении продукта. После термолиза
в реактор подают газообразный HF при
 $120-140^\circ\text{C}$ и воздух для удаления избы-
точного HF . Получают тетрафторборат
лития с содержанием основного веществ-
ва 99,7%, с выходом 93,5-95,5%. Изоб-
режение позволяет сократить продол-
жительность термолиза с 48-50 до
5-7 ч, упростить процесс за счет
исключения использования вакуума при
термолизе, снизить расход HF со 100 г
на 1 кг продукта до 4,5-5 г на 1 кг
продукта, снизить содержание железа
с $1 \cdot 10^{-2}$ до $3 \cdot 10^{-3}$. 1 табл.

Изобретение относится к химичес-
кой технологии, в частности к спосо-
бам получения тетрафторбората лития,
который находит широкое применение
как ионогенный компонент в химичес-
ких источниках тока, может быть ис-
пользован для получения трехфторис-
того бора, в качестве катализатора
полимеризации бутадиена, для отверж-
дения эпоксидных смол. Преимущест-
венное применение продукт находит
для источников тока с литиевым ано-
дом в виде раствора в апротонных
растворителях или смесях.

Целью изобретения является упро-
щение процесса и снижение расхода
фтористого водорода.

П р и м е р. 2500 г раствора
тетрафторборной кислоты concentra-
цией 41,7% нейтрализуют 425,45 г
карбоната лития. Полученный кислый
раствор LiBF_4 (3% HBF_4 в избытке)
упаривают до концентрации 82% LiBF_4 ,
охлаждают, кристаллизуют и получают
1200 г кристаллов моногидрата тетра-
фторбората лития. Термолиз кристал-
лов ведут в горизонтально располо-
женном цилиндрическом обогреваемом

реакторе из фторопласта с металличе-
ской рубашкой. Постоянное обновление
поверхности осуществляется вращением
реактора. Для измельчения продукта
и дополнительного перемешивания внут-
ренняя часть реактора на 9-12% за-
полняется фторопластовыми инертными
телами. Для обеспечения процесса уда-
ления влаги в реактор подают нагретый
до 120°C инертный по отношению к про-
дукту теплоноситель (осушенный воз-
дух, азот и др.). Термолиз ведут при
атмосферном давлении, равномерно под-
нимая температуру от 110 до 160°C в
течение 5-6 ч. После окончания стадии
термолиза в реактор подают 4,5 г газо-
образного HF при 140°C и затем продол-
жают подачу воздуха для удаления из-
быточного фтористого водорода в те-
чение 1 ч. Получают 920 г LiBF_4 сле-
дующего состава, %:

Основное вещество	99,7
Вода и гидроксо- примеси по Фишеру	0,07
Железо	0,003,

что удовлетворяет требованиям, предъя-
вляемым к компонентам электролитов
для литиевых химических источников
тока и значительно превышает требова-
ния Технических Условий на LiBF_4
ТУ 6-09-20-1-84. Продукт имеет высокую
однородность, в нем отсутствуют спеки,
комки и т.п. Выход продукта по сухому
веществу 93,5%.

В таблице приведены данные по вы-
ходу и качеству продукта и расходу

фтористого водорода при осуществлении
процесса аналогично примеру 1, но при
различной температуре газообразного
HF, подаваемого на обработку продукта.

Способ позволяет упростить процесс
за счет исключения использования ваку-
ума при термолизе, снизить расход
фтористого водорода со 100 г на 1 кг
продукта до 4,5-5 г на 1 кг продукта
за счет получения продукта до стадии
обработки газообразным HF с более низ-
ким содержанием гидроксофторборатов
(0,65% против 1,7% по прототипу). Кро-
ме того способ позволяет сократить
продолжительность термолиза с 48-50 ч
до 5-7 ч и снизить содержание примеси
железа в продукте с $1 \cdot 10^{-2}$ до $3 \cdot 10^{-3}$ %.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения тетрафторбората
лития, включающий взаимодействие тет-
рафторборной кислоты с карбонатом ли-
тия, упаривание раствора, кристалли-
зацию моногидрата тетрафторбората
лития, термолиз кристаллов при 110-
160°C, обработку продукта газообраз-
ным фтористым водородом при 120-140°C
с последующим удалением избыточных
паров фтористого водорода, о т л и-
ч а ю щ и й с я тем, что, с целью
упрощения процесса и снижения расхода
фтористого водорода, термолиз ведут
при атмосферном давлении при постоян-
ном перемешивании и измельчении про-
дукта.

Темпе- ратура HF, °C	Расход HF, г на 1 кг продук- та	Содержание, %			Выход по су- хому про- дукту, %
		основ- ного веще- ства	гидро- ксопри- месей	влаги по Фи- шеру	
120	4,5	99,70	0,11	0,07	93,50
130	4,5	99,65	0,12	0,07	95,52
140	4,5	99,73	0,11	0,07	94,66

Составитель Л.Крюкова

Редактор М.Васильева

Техред М.Дидык

Корректор Т.Малец

Заказ 3923/ДСП

Тираж 242

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина, 101