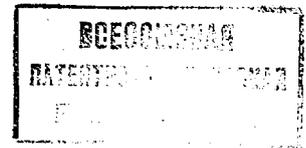




ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГИИТ СССР



# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

- 1
- (21) 4400760/31-26  
(22) 10.03.88  
(46) 23.11.90. Бюл. № 43  
(71) Институт химии Дальневосточного отделения АН СССР  
(72) Г.Ф.Крысенко, Д.Г.Эпов, Е.И.Мельниченко и С.А.Полищук  
(53) 546.821 (088.8)  
(56) C.Depierrefixe et. al. Synthese et caracterisation des phases cristallines de systeme  $PbF_2 - ZrF_4$ . Revue de Chemie minerale. 20, 1983, 96-108.  
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФТОРЦИРКОНАТА СВИНЦА  
(57) Изобретение относится к способам получения безводных фторцирконатов свинца, в частности  $Pb_5ZrF_{14}$ , которые

Изобретение относится к способам получения безводных фторцирконатов свинца, в частности  $Pb_5ZrF_{14}$ , которые могут быть использованы в качестве компонентов шихты для оптического стекловарения.

Цель изобретения - ускорение и упрощение процесса за счет исключения операции высокотемпературного синтеза.

Пример 1. 10 г  $(NH_4)_2ZrF_6$  растворяют в 50 мл воды (температура в термостате  $85^\circ C$ ), добавляют 22,1 мл (1,5 от стехиометрического количества) 44%-ной HF, приливают 75 мл насыщенного при  $85^\circ C$  раствора нитрата свинца, содержащего 68,65 г  $Pb(NO_3)_2$ . Полученный раствор вместе с выпавшим осадком охлаждают в холодильнике

- 2
- могут быть использованы в качестве шихты для оптического стекловарения. С целью ускорения и упрощения процесса за счет исключения операции высокотемпературного синтеза взаимодействию с фторцирконатами аммония подвергают растворы нитрата свинца при соотношении 1:5 с 1,5-1,9-кратным избытком фтористоводородной кислоты при  $80-90^\circ C$  с последующим охлаждением. Независимо от состава фторцирконата аммония при добавлении необходимого количества фтористоводородной кислоты образуется  $Pb_5ZrF_6$  с выходом 90,0-92,4% в течение 2,5-3 ч. По прототипу процесс ведут не менее 24 ч и выход составляет 77%. 1 з.п. ф-лы.

30 мин. Образовавшийся белый мелкокристаллический осадок фильтруют через бумажный фильтр "синяя лента" и промывают дистиллированной водой (3x50 мл). Осадок сушат до постоянной массы при  $120^\circ C$ . Получают 51,98 г  $Pb_5ZrF_{14}$ . Выход 90,0%. Время процесса 2,5 ч.

Пример 2. 10 г  $(NH_4)_2ZrF_6$  растворяют в 50 мл воды (температура в термостате  $85^\circ C$ ), добавляют 27,9 мл (1,9 от стехиометрически необходимого) 44%-ной HF, приливают 75 мл насыщенного при  $85^\circ C$  раствора нитрата свинца, содержащего 68,65 г  $Pb(NO_3)_2$ . Далее образовавшийся осадок обрабатывают так же, как и в примере 1. Получают 52,13 г  $Pb_5ZrF_{14}$ . Выход 92,0%. Время процесса 2,8 ч.

Пример 3. 10 г  $(\text{NH}_4)_2\text{ZrF}_6$  растворяют в 50 мл воды (температура в термостате  $80^\circ\text{C}$ ), добавляют 27,9 мл (1,9 от стехиометрически необходимого количества) 44%-ной  $\text{HF}$ , приливают 75 мл насыщенного при  $80^\circ\text{C}$  раствора нитрата свинца, содержащего 68,65 г  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ . Образовавшийся осадок обрабатывают так же, как и в примере 1. Получают 53,00 г  $\text{Pb}_5\text{ZrF}_{14}$ . Выход 91,8%. Время процесса 3 ч.

Пример 4. 10 г  $(\text{NH}_4)_2\text{ZrF}_6$  растворяют в 50 мл воды (температура в термостате  $90^\circ\text{C}$ ), добавляют 27,9 мл (1,9 от стехиометрически необходимого) 44%-ной  $\text{HF}$ , приливают 75 мл насыщенного при  $90^\circ\text{C}$  раствора нитрата свинца, содержащего 68,65 г  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ . Образовавшийся осадок обрабатывают так же, как и в примере 1. Получают 53,27 г  $\text{Pb}_5\text{ZrF}_{14}$ . Выход 92,2%. Время процесса 2,5 ч.

По сравнению с известным время осуществления процесса сокращено в 8-10 раз. Упрощение достигнуто за счет менее сложного технологического

оборудования, использования доступных реагентов и исключения ряда операций.

#### 5 Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ получения фторцирконата свинца  $\text{Pb}_5\text{ZrF}_{14}$  взаимодействием солей, содержащих фтор, свинец и цирконий, в стехиометрическом соотношении при нагревании, отличающийся тем, что, с целью ускорения и упрощения процесса за счет исключения операции высокотемпературного синтеза, в качестве исходных продуктов используют растворы фторцирконата аммония и соли свинца и процесс ведут при добавлении к раствору фторцирконата аммония с температурой  $80-90^\circ\text{C}$  последовательно фтористоводородной кислоты в количестве 1,5-1,9 от стехиометрически необходимого для образования целевого продукта и насыщенного раствора соли свинца при  $80-90^\circ\text{C}$ .

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве соли свинца берут его нитрат.

Редактор Н. Яцولا

Составитель В. Дубровская

Техред Л. Сердюкова

Корректор О. Крацова

Заказ 3591

Тираж 405

Подписное

ВНИИИ 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