



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Государственная регистрация изобретения осуществлена по заявлению о признании действия исключительного права на территории Российской Федерации на основании статьи 13<sup>1</sup> Федерального закона от 18 декабря 2006 года № 231-ФЗ «О введении в действие части четвертой Гражданского кодекса Российской Федерации»

(21)(22) Заявка: 2014154649/93, 24.12.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
21.06.2005

Приоритет(ы):

Дата приоритета: 21.06.2005

Патент № 76672 (UA)

(45) Опубликовано: 27.05.2015 Бюл. № 15

Адрес для переписки:

296500, Республика Крым, г. Саки, ул. Заводская,  
86, ООО "Технойд"

(72) Автор(ы):

Овчинников Анатолий Иннокентьевич (RU),  
Голикова Надежда Николаевна (RU),  
Горобец Александр Николаевич (RU),  
Шостак Татьяна Ивановна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Общество с ограниченной ответственностью  
"Технойд" (RU)

## (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ЙОДА

(57) Реферат:

Способ получения кристаллического йода может быть использован для производства йода реактивных квалификаций.

Способ позволяет использовать в качестве сырья йодосодержащие растворы природного и техногенного происхождения с большим содержанием органических примесей. Способ гарантирует качество продукта реактивной квалификации и улучшения условий труда.

Сущность изобретения: получение йода реактивных квалификаций осуществляют в две стадии: на первой стадии йод-пасту, полученную

из йодосодержащего сырья, сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии серной кислоты, пары йода и йодистоводородной кислоты, которые образуются, конденсируют и разделяют, йод, который сконденсировался, промывают водой, из йодистоводородной кислоты и промывных вод выделяют йод с получением йод-пасты; на второй стадии смесь промытого йода и йод-пасты сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии карбоната натрия.

RU 2 551 882 C1

RU 2 551 882 C1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 551 882**<sup>(13)</sup> **C1**

(51) Int. Cl.  
*C01B 7/00* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

*State registration of the invention has been provided following a request to recognize the exclusive rights on the territory of the Russian Federation as provided for in the Article 13<sup>1</sup> of the Federal Law of December 18, 2006 № 231-ФЗ «On enactment of part four of the Civil Code of the Russian Federation»*

(21)(22) Application: **2014154649/93, 24.12.2014**

(24) Effective date for property rights:  
**21.06.2005**

Priority:

Priority date: **21.06.2005**

Patent No. **76672 (UA)**

(45) Date of publication: **27.05.2015** Bull. № 15

Mail address:

**296500, Respublika Krym, g. Saki, ul. Zavodskaja,  
86, OOO "Tekhniod"**

(72) Inventor(s):

**Ovchinnikov Anatolij Innokent'evich (RU),  
Golikova Nadezhda Nikolaevna(RU),  
Gorobets Aleksandr Nikolaevich(RU),  
Shostak Tat'jana Ivanovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Obshchestvo s ogranichennoj otvetstvennost'ju  
"Tekhniod" (RU)**

(54) **CRYSTALLINE IODINE PRODUCTION METHOD**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: crystalline iodine production method may be used for reactive qualification iodine production. The method allows to use raw materials represented by iodine-containing solutions of natural and technogenic origin with large content of organic admixtures. The invention essence is as follows: reactive qualification iodine is produced in two stages: at the first stage iodine-paste produced of iodine-containing raw materials is sublimated (in an atmospheric air flow in

the presence of sulphuric acid, with iodine and hydriodic acid vapours generated), condensed and separated; condensed iodine is washed with water; iodine is isolated from hydriodic acid and wash waters to obtain iodine paste; at the second stage the mixture of washed iodine and iodine paste is sublimated in an atmospheric air flow in the presence of sodium carbonate.

EFFECT: method guarantees the reactive qualification product quality and labour conditions improvement.

**RU 2 551 882 C1**

**RU 2 551 882 C1**

Изобретение относится к способам получения кристаллического йода реактивных квалификаций и может быть использовано при производстве йода из йодсодержащего сырья с органическими примесями, массовая концентрация которых обусловлена как содержанием их в естественных водах, так и содержанием их в растворах техногенного происхождения.

Известен способ получения кристаллического йода реактивных квалификаций из йода-сырца, полученного из производственных концентратов с содержанием до 3,55% органических примесей [Гончаров А.И. и др. Влияние органических примесей в растворе на качество йода при кристаллизации. "Журнал прикладной химии" 1975, 48, 741 с.], путем плавки его под слоем серной кислоты при температуре 120-150°C, дробление остывшего плава, промывки водой для удаления серной кислоты и сушки [В.И. Ксензенко, Д.С. Стасиневич. Химия и технология брома, йода и их соединений. М., "Химия", 1995г., 357 с.]. Основные недостатки способа заключаются в больших потерях йода с отработанной серной кислотой и йодистоводородной кислотой, которая образуется в результате взаимодействия йода, органических примесей и серной кислоты, низком качестве готового продукта в результате наличия в нем сульфатов, невозможности получения йода реактивного из сырья с более высоким содержанием органических примесей и тяжелых условий труда вследствие прямого контакта персонала с йодом.

Известен также способ получения кристаллического йода реактивных квалификаций сублимацией йода-сырца [В.И. Ксензенко, Д.С. Стасиневич. Химия и технология брома, йода и их соединений. М., "Химия", 1995 г., 355-357]. Согласно этому способу йод выделяют из концентратов в виде кристаллов элементарного йода, отделяют от маточника с помощью центрифуги или нутч-фильтра в результате чего получают йод-пасту. Затем йод-пасту сушат нагретым воздухом или обезвоживают путем отжима воды на гидравлическом прессе. При этом получают йод-сырец, содержащий некоторое количество неорганических и органических примесей. Йод-сырец подвергают сублимации. Для связывания влаги и органических примесей йод-сырец смешивают с неорганическими реагентами, например, известью. Сублимацию йода проводят в специальных печах, куда загружают стальные кюветы или керамические тигли с йодом. Печи имеют газовый или электрический обогрев. Пары йода, выходящие из печи, конденсируют в холодильниках, изготовленных из керамических или асбоцементных труб, охлаждаемых воздухом. В печах поддерживают температуру выше температуры плавления йода (114-180°C). Процесс ведут так, чтобы температура паров йода была ниже температуры его плавления (113,6°C), в противном случае происходит налипание йода на стенки конденсатора, так как пары йода в этом случае не десублимируются, а конденсируются с образованием жидкого йода, который затем кристаллизуется в твердую массу. Удаление кристаллов йода из конденсатора проводят вручную с использованием специальных скребков или зубила с молотком.

Недостатком данного способа является необходимость предварительного обезвоживания йод-пасты, тяжелый ручной труд на стадиях обезвоживания и сублимации йода, низкое качество готового продукта. Для получения йода реактивного марки "ч" йод подвергают многократной сублимации.

Наиболее близким по технической сущности и результату, который достигается до предполагаемого изобретения является способ получения кристаллического йода реактивных квалификаций, предложенный авторами [см. заявку № 2004032106 от 23.03.2004, МПК 7 C01B 7/14], согласно которому полученную при выделении из йодных концентратов и отделенную от маточного раствора йод-пасту без предварительной

сушки или отжима на прессе направляют на сублимацию. Обезвоживание йод-пасты производится за счет испарения воды на начальном этапе сублимации йода. Сублимация осуществляется при атмосферном давлении. Перед сублимацией в йод-пасту добавляют карбонат натрия в количестве, обеспечивающем рН конденсата воды не ниже 4,0. При нагревании йод-пасты начинается отвод воды и йода. Смесь паров воды и йода конденсируется на поверхности конденсатора, выполненного из эластичного материала (фторопластовая пленка или локоткани на основе фторопласта и стекловолокна). Вода с поверхности конденсатора стекает, а кристаллический йод периодически стряхивают в приемник. Через отверстие в нижней части приемника вода вытекает и отделяется от йода. Полученный влажный йод используют при загрузке на следующую операцию сублимации.

Процесс сублимации обезвоженного йода проводят при температуре паров йода 114-184°C.

После того как отгонка воды закончится, а йод расплавится, в испаритель подают воздух. Часть воздуха барботируют через расплав йода для насыщения его парами йода. Другую часть воздуха подают в верхнюю часть испарителя. За счет разведения воздухом парциальное давление паров йода в йодовоздушной смеси перед десублимацией снижают до давления ниже давления насыщенных паров йода в тройной точке (87 мм рт.ст.), что обеспечивает получение высококачественных кристаллов готового продукта, которые легко снимаются с поверхности конденсатора. Десублимированный кристаллический йод собирают в приемник. По показателям качества йод отвечает требованиям, предъявляемым к йоду реактивному марки "ч".

При всей привлекательности указанного технологического процесса (упрощения и удешевления процесса, улучшения условий труда и качества готового продукта, сокращение потерь йода) существенным недостатком рассматриваемого способа является то, что сырьем для получения йода реактивной квалификации по этому способу может служить йод-паста с содержанием до 3,55% органических примесей. Задачей заявляемого способа, является расширение возможностей способа сублимационной очистки йода, в том числе, для очистки сырья с более высоким содержанием органических примесей.

Заявляемый способ характеризуется как известными признаками:

- выделение йода из растворов с получением йод-пасты;
- обезвоживание йод-пасты;
- сублимация йода;

так и новыми признаками:

- обезвоживание и сублимацию йод-пасты осуществляют в две стадии: на первой стадии йод-пасту сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии серной кислоты, пары йода и йодистоводородной кислоты, которые образуются, конденсируют и разделяют, йод, который сконденсировался, промывают водой, из йодистоводородной кислоты и промывных вод выделяют йод с получением йод-пасты; на второй стадии смесь промытого йода и йод-пасты сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии карбоната натрия.

Предложенный способ позволяет получать кристаллический йод реактивной квалификации из йод-пасты, полученной из йодосодержащих растворов с содержанием до 35% органических примесей.

Способ заключается в том что, из йодосодержащих растворов с большим содержанием органических примесей выделяют йод с получением йод-пасты, обезвоживание и сублимацию йод-пасты осуществляют в две стадии: на первой стадии

йод-пасту сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии серной кислоты, пары йода и йодистоводородной кислоты, которые образуются, конденсируют и разделяют, йод, который сконденсировался, промывают водой, из йодистоводородной кислоты и промывных вод выделяют йод с получением йод-пасты; на второй стадии  
5 смесь промытого йода и йод-пасты сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии карбоната натрия согласно прототипа [см. заявку № 2004032106 от 23.03.2004г]. Для этого, на начальном этапе сублимации, за счет испарения воды и йода осуществляют обезвоживания йод-пасты. Перед сублимацией в йод-пасту добавляют карбонат натрия в количестве, обеспечивающем рН конденсата воды не ниже 4,0.  
10 Сублимацию обезвоженного йода осуществляют при температуре паров йода 114-184°C. Парциальное давление паров йода в йодовоздушной смеси перед десублимацией уменьшают за счет разведения воздухом до давления ниже давления насыщенных паров йода в тройной точке.

Полученный кристаллический йод по качеству соответствует требованиям,  
15 предъявленным к йоду реактивной квалификации.

Отличительным признаком заявляемого изобретения, от прототипа является то, что обезвоживание и сублимацию йод-пасты осуществляют в две стадии: на первой стадии йод-пасту сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии серной кислоты, пары йода и йодистоводородной кислоты, которые образуются, конденсируют и  
20 разделяют, йод, который сконденсировался, промывают водой, из йодистоводородной кислоты и промывных вод выделяют йод с получением йод-пасты; на второй стадии смесь промытого йода и йод-пасты сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии карбоната натрия.

Заявляемый способ осуществляют следующим образом.

25 Из йодосодержащих растворов с большим содержанием органических примесей выделяют йод с получением йод-пасты.

На первой стадии йод-пасту, содержащую до 35% органических примесей, загружают в сублиматор, который представляет собой эмалированную емкость с рубашкой. Рубашку заполняют высокотемпературным носителем с температурой кипения не ниже  
30 250°C, который нагревают ТЭНами до температуры 150-200°C. Перед сублимацией, в герметически закрытый сублиматор дозируют концентрированную (не менее 92%) серную кислоту. Количество серной кислоты, которая добавляется, определяется содержанием органических примесей в йод-пасте и фазовым состоянием кубового остатка после сублимации и составляет 0,5-1,3 кг на 1 кг йод-пасты. После того как вся  
35 йод-паста расплавится, через расплав йода и серную кислоту барботируют часть атмосферного воздуха для насыщения его парами йода и удаления паров йодистоводородной кислоты, которая образуется при взаимодействии йода и серной кислоты с органическими примесями. Другую часть воздуха подают в верхнюю часть испарителя для разведения концентрации паров йода. За счет разведения воздухом  
40 парциальное давление паров йода в йодовоздушной смеси перед десублимацией снижают до давления ниже давления насыщенных паров йода в тройной точке (87 мм.рт.ст.). Этот прием исключает образование жидкого йода, который может при конденсации паров кристаллизоваться в твердую массу и налипать на стенки конденсатора. Разбавленная смесь воздуха, паров воды, йода и йодистоводородной кислоты поступает  
45 в конденсатор, где йод десублимируется и его периодически встряхивают в приемник, вода и йодистоводородная кислота конденсируются и также стекают в приемник. Раствор йодистоводородной кислоты, который сконденсировался, через нижний штуцер в приемнике отделяют от десублимированного кристаллического йода, йод

кристаллический промывают водой, затем из раствора йодистоводородной кислоты и промывных вод выделяют йод с получением йод-пасты.

Кубовый остаток, представляющий собой жидкую суспензию органических веществ и серной кислоты, охлаждают до 50°C и удаляют из сублиматора.

5 На первой стадии сублимации осуществляется очистка йода от органических примесей основного характера за счет их реакции с серной кислотой. Продукты их взаимодействия остаются в кубовом остатке. Летучие органические примеси кислотного характера могут испаряться из сублиматора вместе с парами воды, йодистоводородной кислоты, йода и попадать в конденсатор, а также и в полупродукт на следующую стадию  
10 переработки. На второй стадии переработки смесь промытого йода и йод-пасты сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии карбоната натрия согласно прототипа [см. заявку № 2004032106 от 23.03.2004]. Обезвоживание йод-пасты производится за счет испарения воды на начальном этапе сублимации йода. Сублимация осуществляется при атмосферном давлении в испарителе, что представляет собой  
15 эмалированную емкость с рубашкой. Рубашку заполняют высокотемпературным теплоносителем с температурой кипения не ниже 250°C, который нагревают ТЭНами до температуры 150-200°C. Перед сублимацией в йод-пасту добавляют карбонат натрия в количестве, обеспечивающем рН конденсата воды не ниже 4,0. При нагревании йод-пасты начинается отгонка воды. Пары воды при этом насыщены парами йода. Смесь  
20 паров воды и йода конденсируются на поверхности конденсатора, выполненного из эластичного материала (фторопластовая пленка или лавсан на основе фторопласта и стекловолокна). Вода с поверхности конденсатора стекает, а кристаллический йод периодически встряхивают в приемник. Через отверстие в нижней части приемника вода вытекает и отделяется от йода. Полученный влажный йод используют при загрузке  
25 на следующую операцию сублимации.

Процесс сублимации обезвоженного йода проводят при температуре паров йода 114-184°C.

После того, как отгонка воды закончится, а йод расплавится, в испаритель подают воздух. Часть воздуха барботируют через расплав йода для насыщения его парами  
30 йода. Другую часть воздуха подают в верхнюю часть испарителя для концентрации паров йода. За счет разведения воздухом парциальное давление паров йода в йодовоздушной смеси перед десублимацией снижают до давления ниже давления насыщенных паров йода в тройной точке (87 мм.рт.ст.), что при конденсации паров предотвращает образование плава йода и обеспечивает получение высококачественных  
35 кристаллов готового продукта, которые легко снимаются с поверхности конденсатора. Десублимированный кристаллический йод собирают в приемник.

Продукт по качеству соответствует йоду кристаллическому реактивной квалификации.

На второй стадии сублимации очистка йода от органических примесей кислотного характера осуществляется за счет их взаимодействия с карбонатом натрия. Продукты  
40 их взаимодействия остаются в кубовом остатке.

Таким образом, заявляемый способ, который включает обезвоживание и сублимацию йод-пасты в две стадии: на первой стадии йод-пасту сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии серной кислоты, пары йода и йодистоводородной кислоты, которые образуются, конденсируют и разделяют, йод, что сконденсировался, промывают  
45 водой, из йодистоводородной кислоты и промывных вод выделяют йод с получением йод-пасты; на второй стадии смесь промытого йода и йод-пасты сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии карбоната натрия, позволяет получать йод кристаллический реактивной квалификации с йодосодержащих растворов с большим

содержанием органических примесей.

Организация процесса по заявляемому способу позволяет снизить общие потери йода за счет последующей переработки йодистоводородной кислоты, которая образовалась в результате взаимодействия органических примесей с серной кислотой в присутствии йода, потому что в предлагаемом способе йодистоводородная кислота является полупродуктом в технологическом процессе, а не отходом производства.

#### Формула изобретения

Способ получения кристаллического йода из йодосодержащих растворов с большим содержанием органических примесей, включающий выделение йода с получением йод-пасты, обезвоживание и сублимацию йод-пасты, отличающийся тем, что обезвоживание и сублимацию йод-пасты осуществляют в две стадии: на первой стадии йод-пасту сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии серной кислоты, пары йода и йодистоводородной кислоты, которые образуются, конденсируют и разделяют, йод, который сконденсировался, промывают водой, из йодистоводородной кислоты и промывных вод выделяют йод с получением йод-пасты; на второй стадии смесь промытого йода и йод-пасты сублимируют в потоке атмосферного воздуха в присутствии карбоната натрия.

20

25

30

35

40

45