



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

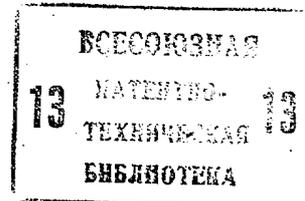
(19) SU (11) 1013405 A

3(51) С 01 В 35/06

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3346905/23-26

(22) 03.07.81

(46) 23.04.83. Бюл. № 15

(72) Д.А. Князев, Г.Д. Клинский,  
Н.Н. Просянов, О.С. Чистозвонова  
и Б.К. Макаренко

(71) Московская ордена Ленина и ор-  
дена Трудового Красного Знамени  
сельскохозяйственная академия  
им. К.А. Тимирязева

(53) 661.834.612(088.8)

(56) 1. J.H. De Boer, J.A.M. Van  
Liempt, Rec.trav.chim, 46.1927,124.

2. J. Shapiro, H.G. Weiss,  
J. Am. Chem.Soc., 75, 1953, p.1753  
(прототип).

(54)(57) 1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕТРА-  
ФТОРБОРАТА ЛИТИЯ путем взаимодействия  
соли лития с трехфтористым бором в  
среде безводного органического раст-

ворителя с последующим удалением  
растворителя в вакууме, промывкой  
продукта эфиром и его осушкой при  
повышенной температуре, отлича-  
ющийся тем, что, с целью повыше-  
ния выхода продукта, в качестве  
соли лития используют его фторид, в  
качестве органического растворите-  
ля берут тетрагидрофуран, а взаимо-  
действие осуществляют при 15-25°C,  
пропуская трехфтористый бор через  
суспензию фторида лития в раствори-  
теле.

2. Способ по п. 1, отличаю-  
щийся тем, что, с целью предот-  
вращения разложения продукта, осуш-  
ку ведут в вакууме в течение 10-  
15 ч, нагревая продукт до 70-80°C  
со скоростью 9-11 град/ч с последую-  
щей выдержкой при этой температуре.

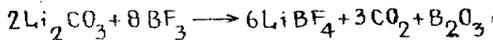
(19) SU (11) 1013405 A

Изобретение относится к способу получения соли- $\text{LiBF}_4$ , который может быть использован для получения безводной соли высокой чистоты, а также неводных электролитов для химических источников тока на ее основе.

Известен способ получения тетрафторбората лития путем взаимодействия фторида или карбоната лития с трехфтористым бором при температуре  $300-400^\circ\text{C}$  в газовой фазе [1].

Недостатком этого способа является сложность процесса, связанная с высокой температурой процесса, а также значительное количество примесей в продукте, связанное с термической диссоциацией тетрафторбората лития.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к предлагаемому является способ получения тетрафторбората лития путем взаимодействия карбоната лития с трехфтористым бором в среде безводного эфира при  $35^\circ\text{C}$  по реакции



Из полученного после отстаивания реакционной смеси раствора удаляют растворитель, упариванием в вакууме при комнатной температуре, продукт промывают эфиром и сушат при  $80-90^\circ\text{C}$ . Чистота продукта  $99,5\%$ , выход ниже  $50\%$  [2].

Недостатком известного способа является низкий выход продукта.

Целью изобретения является повышение выхода продукта до  $86-89\%$ .

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения тетрафторбората лития, заключающемуся во взаимодействии соли лития с трехфтористым бором в среде безводного органического растворителя с последующим удалением растворителя в вакууме, промывкой продукта эфиром и его осушкой при повышенной температуре, причем в качестве соли лития используют его фторид, в качестве органического растворителя берут тетрагидрофуран, а взаимодействие осуществляют при  $15-25^\circ\text{C}$ , пропуская трехфтористый бор через суспензию фторида лития в растворителе.

Кроме того, осушку ведут в вакууме в течение  $10-15$  ч, нагревая продукт до  $70-80^\circ\text{C}$  со скоростью  $9-11$  град/ч с последующей выдержкой при этой температуре.

Способ осуществляется следующим образом.

Тetraфторборат лития получают пропуская при  $15-25^\circ\text{C}$  трехфтористого бора через взвесь фторида лития в безводном тетрагидрофуране, не растворяющем  $\text{LiF}$  и хорошо растворяющем  $\text{LiBF}_4$ . Полученный в ре-

зультате взаимодействия раствор фильтруют, упаривают в вакууме при температуре  $60-70^\circ\text{C}$ , остаток промывают на фильтрате небольшим количеством эфира и сушат в вакууме ( $1$  мм рт.ст) в течение  $10-15$  ч, медленно повышая температуру до  $80^\circ\text{C}$ .

Пример 1. В суспензию, содержащую  $28,5$  г фторида лития и  $200$  мл безводного тетрагидрофурана при интенсивном перемешивании пропускают трехфтористый бор со скоростью, обеспечивающей его полное растворение. Температуру в термостатированном реакторе поддерживают около  $15^\circ\text{C}$ . Через  $3$  ч, когда реакционная смесь становится прозрачной, подачу трехфтористого бора прекращают, а перемешивание продолжают еще в течение нескольких часов для полноты проведения реакции. Непрореагировавший фторид лития (в количестве  $0,5$  г) отфильтровывают. Раствор упаривают досуха в вакууме при  $60-70^\circ\text{C}$ . Образовавшиеся кристаллы промывают на фильтре небольшим количеством эфира и сушат в вакууме (остаточное давление  $1$  мм) в течение  $10$  ч, медленно повышая температуру до  $80^\circ\text{C}$ .

Получают  $90,6$  г  $\text{LiBF}_4$ . Выход составляет  $89\%$ .

Пример 2. В суспензию, содержащую  $80$  г фторида лития и  $600$  мл безводного тетрагидрофурана при интенсивном перемешивании в течение  $5$  ч пропускают трехфтористый бор до получения прозрачного раствора. Температуру в реакторе поддерживают около  $25^\circ\text{C}$ . Полученный раствор оставляют перемешиваться в течение  $3-5$  ч. Непрореагировавший фторид лития в количестве  $3,4$  г отфильтровывают, а раствор упаривают досуха в вакууме при  $60-70^\circ\text{C}$ . Выделенные кристаллы промывают на фильтре эфиром и сушат в вакууме ( $1$  мм рт.ст) в течение  $15$  ч при медленном повышении до  $80^\circ\text{C}$ . Получают  $237,6$  г  $\text{LiBF}_4$ , что составляет  $86\%$ . Содержание основного вещества  $99\%$ .

Интервал температуры синтеза  $\text{LiBF}_4$   $15$  и  $25^\circ\text{C}$  выбран из следующих соображений.

Проведение синтеза без принудительного охлаждения приводит к сильному разогреванию реакционной смеси, испарению растворителя и загрязнению продукта.

Нижний предел температуры определяется возможностью использовать для охлаждения водопроводную воду. Синтез при более высокой температуре (вследствие экзотермической реакции) приводит к резкому увеличению скорости реакции, и, как следствие, к сильному локальному разогреву реакционной смеси, что принуждает снижать

скорость подачи  $BF_3$ . Время синтеза при этом возрастает с 3 до 5 ч.

Кроме того, при низкой температуре растворимость  $BF_3$  в тетрагидрофуране лучше, что приводит к увеличению концентрации реагента в зоне реакции и увеличению выхода (89% при  $15^\circ C$  и 86% при  $25^\circ C$ ). Проведение

синтеза при температуре выше  $25^\circ C$  приводит к дальнейшему заметному уменьшению выхода продукта.

Предлагаемый способ позволяет повысить выход тетрафторбората лития до 86-89% при чистоте 98-99% и существенно сокращает длительность технологического процесса.

Редактор Г. Волкова      Составитель Л. Ситнова      Корректор А. Повх  
Техред И. Гайду

Заказ 2928/30

Тираж 469

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
по делам изобретений и открытий  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4