



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 118215637 A

(43) 申请公布日 2024.06.18

(21) 申请号 202280074064.9

(22) 申请日 2022.11.11

(30) 优先权数据

2021-189601 2021.11.22 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.05.07

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2022/042106 2022.11.11

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/090271 JA 2023.05.25

(71) 申请人 三井金属矿业株式会社

地址 日本

(72) 发明人 河村建

(74) 专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事
务所(普通合伙) 11277

专利代理师 刘新宇 李恩华

(51) Int.Cl.

C01B 17/28 (2006.01)

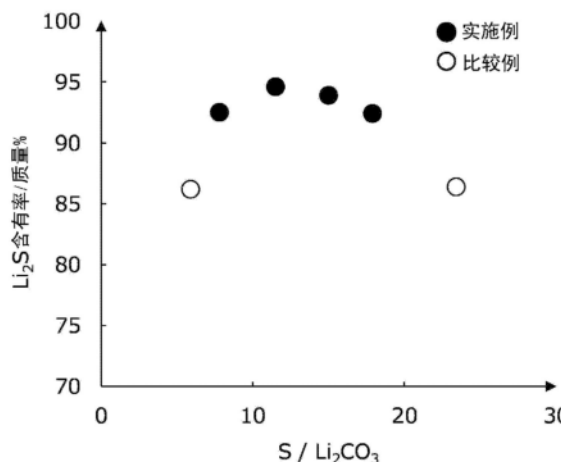
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

硫化锂的制造方法

(57) 摘要

本发明的硫化锂的制造方法具备在包含硫气体和氢气的气氛中对碳酸锂进行烧成的烧成工序。前述硫气体以硫元素的摩尔数相对于碳酸锂的摩尔数的值成为6.0以上且19.0以下的方式包含于前述气氛中。前述氢气以氢气的摩尔数相对于碳酸锂的摩尔数的值成为8.5以上且12.0以下的方式包含是适宜的。前述烧成工序为如下工序是适宜的：在配置有碳酸锂的加热炉内，边使包含硫气体和氢气的混合气体流通，边对碳酸锂进行烧成。



1. 一种硫化锂的制造方法,其具备在包含硫气体和氢气的气氛中对碳酸锂进行烧成的烧成工序,

所述硫气体以硫元素的摩尔数相对于碳酸锂的摩尔数的值成为6.0以上且19.0以下的方式包含在所述气氛中。

2. 根据权利要求1所述的制造方法,其中,所述氢气以氢气的摩尔数相对于碳酸锂的摩尔数的值成为8.5以上且12.0以下的方式包含。

3. 根据权利要求1或2所述的制造方法,其中,所述烧成工序为如下工序:在配置有碳酸锂的加热炉内,边使包含硫气体和氢气的混合气体流通,边对碳酸锂进行烧成。

4. 根据权利要求1或2所述的制造方法,其中,所述烧成工序为如下工序:在配置有碳酸锂的加热炉内,边使包含硫气体和用非活性气体稀释的氢气的混合气体流通,边对碳酸锂进行烧成。

5. 根据权利要求3所述的制造方法,其中,所述混合气体在所述加热炉内的温度达到650°C以上后流通向该加热炉内。

6. 根据权利要求4所述的制造方法,其中,所述非活性气体向该加热炉内流通,直至所述加热炉内的温度达到650°C为止。

7. 根据权利要求1或2所述的制造方法,其中,所述烧成工序为如下工序:对碳酸锂进行烧成,使得通过使用CuK α 1射线的X射线衍射装置对所述硫化锂进行测定时,在X射线衍射谱图中,将 $2\theta=31.2^\circ \pm 1.0^\circ$ 的位置的衍射峰设为峰A、将 $2\theta=21.3^\circ \pm 1.2^\circ$ 的位置的衍射峰设为峰B、将所述衍射峰A的强度设为 I_a 、所述衍射峰B的强度设为 I_b 时,所述 I_b 相对于所述 I_a 的值成为0.024以下。

8. 根据权利要求1或2所述的制造方法,其中,所述烧成工序为如下工序:对碳酸锂进行烧成,使得通过使用CuK α 1射线的X射线衍射装置对所述硫化锂进行测定时,在X射线衍射谱图中,将 $2\theta=31.2^\circ \pm 1.0^\circ$ 的位置的衍射峰设为峰A、将 $2\theta=22.2^\circ \pm 1.0^\circ$ 的位置的衍射峰设为峰C、将所述衍射峰A的强度设为 I_a 、将所述衍射峰C的强度设为 I_c 时,所述 I_c 相对于所述 I_a 的值成为0.19以下。

9. 根据权利要求1或2所述的制造方法,其还具备使通过所述烧成工序而得到的硫化锂与氢气反应的反应工序。

10. 根据权利要求9所述的制造方法,其中,所述反应工序为如下工序:使氢气在配置有所述硫化锂的加热炉内流通,将该加热炉加热。

11. 根据权利要求9所述的制造方法,其中,所述氢气被非活性气体稀释。

12. 根据权利要求10所述的制造方法,其中,所述反应工序为将所述加热炉加热至800°C以上的工序。

硫化锂的制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及硫化锂的制造方法。

背景技术

[0002] 硫化锂通常通过使成为锂源的化合物与硫化氢作用来合成。例如专利文献1中记载了一种通过作为锂源的氢氧化锂与硫化氢的反应来制造硫化锂的方法,其中,通过使氢气与硫蒸气反应,从而生成包含硫化氢气体和氢气的反应气体,使所生成的反应气体与颗粒状的氢氧化锂接触,使两者反应,从而制造颗粒状的硫化锂。

[0003] 现有技术文献

[0004] 专利文献

[0005] 专利文献1:日本特开2016-150860号公报

发明内容

[0006] 硫化氢是有害物质,因此,在工业使用上存在课题。进而,硫化氢是昂贵的物质。因此,寻求不以硫化氢为起始原料的硫化锂的制造方法。因此,本发明的课题在于,提供不以硫化氢为起始原料的硫化锂的制造方法。

[0007] 本发明提供一种硫化锂的制造方法,其具备在包含硫气体和氢气的气氛中对碳酸锂进行烧成的烧成工序,

[0008] 前述硫气体以硫元素的摩尔数相对于碳酸锂的摩尔数的值成为6.0以上且19.0以下的方式包含在前述气氛中。

附图说明

[0009] 图1为针对实施例和比较例显示出相对于1摩尔碳酸锂所供给的硫元素的摩尔数与产物中所含的硫化锂的比例的关系的图。

具体实施方式

[0010] 以下基于优选的实施方式对本发明进行说明。在本发明的硫化锂(Li_2S)的制造方法中,使用碳酸锂(Li_2CO_3)作为硫化锂的原料之一。碳酸锂具有如下与其他锂源化合物相比有利的特征:与其他锂源化合物、例如氢氧化锂不同吸湿性极低;容易调整粒径;尤其是可以减小粒径;等。

[0011] 本发明中,使用粉末的碳酸锂,通过硫(S)蒸气和氢气(H_2)与固相的碳酸锂的反应,从而可以制造作为目标物的硫化锂。亦即,本发明的制造方法可以通过气固反应(换言之之干式反应)得到硫化锂而不使用水等溶剂。在以往已知的硫化锂的制造方法中,使用了硫化氢作为硫源化合物,但在与其不同的本发明中,使用比硫化氢还廉价的硫本身作为硫源化合物。因此,本制造方法可以比以往已知的方法更廉价地制造硫化锂。

[0012] 通过气固反应而制造硫化锂的情况下,制造中使用的反应装置可以为连续式装

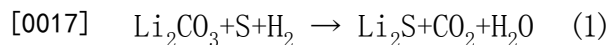
置,或者也可以为间歇式装置。

[0013] 从能顺利地进行气固反应的观点出发,碳酸锂的粉末的平均粒径例如优选 $1\mu\text{m}$ 以上,其中,优选 $3\mu\text{m}$ 以上、特别优选 $6\mu\text{m}$ 以上。另一方面,前述平均粒径例如优选 $100\mu\text{m}$ 以下,其中,优选 $80\mu\text{m}$ 以下,特别优选 $55\mu\text{m}$ 以下。本说明书中所提到的碳酸锂的平均粒径是指:基于激光衍射散射式粒度分布测定法的累积体积50容量%下的体积累积粒径 D_{50} 。

[0014] 本制造方法中,可以在使碳酸锂的粉末静置的状态或流动的状态下,在包含硫气体和氢气的气氛中,将该碳酸锂供于烧成工序。烧成工序可以在开放体系中进行。在开放体系中进行烧成工序是指进行烧成工序的反应体系不存在于封闭的空间内。本制造方法中的碳酸锂的烧成工序可以边使包含硫气体和氢气的气氛在碳酸锂的粉末中流通边进行。具体而言,可以边使包含硫气体和氢气的混合气体在配置有碳酸锂的粉末的加热炉内流通,边将该碳酸锂烧成。通过采用这种烧成方法,从而可以工业上效率良好地制造碳酸锂。

[0015] 烧成中使用的前述混合气体例如可以仅包含硫气体和氢气,也可以在硫气体和氢气的基础上还包含其他气体。作为其他气体,可以举出各种非活性气体、例如氮气、氩气等稀有气体等。从可以顺利地制造作为目标的硫化锂的方面出发,尤其优选前述混合气体不含有除硫气体、氢气以及根据需要使用的非活性气体以外的气体。

[0016] 本发明的制造方法中,用于由碳酸锂生成硫化锂的反应由以下的式(1)表示。



[0018] 由(1)的反应式所表明那样,在用于烧成碳酸锂的混合气体中,仅包含硫气体和氢气即足够。然而,从安全地进行反应的观点、效率良好地进行反应的观点出发,优选在用非活性气体稀释了氢气的状态下使用。具体而言,优选将氮气等非活性气体作为稀释气体使用,将该稀释气体与氢气混合,在其中混合硫气体,制备用于供给至碳酸锂的混合气体。

[0019] 对于稀释气体与氢气的混合比例,相对于两者的总和,氢气的比例例如优选1.0体积%以上、进一步优选1.5体积%以上、进而优选2.0体积%以上。另一方面,前述比例例如优选4.0体积%以下,进一步优选3.5体积%以下,进而优选3.0体积%以下。这是由于可以得到良好的安全性和反应效率。

[0020] 对于要与氢气混合的硫气体而言,从工业上简便、以及安全性的观点出发,通过加热将固体的硫液化、并进一步气化而得到是有利的。此时,从效率的观点出发,优选将固体的硫在例如大气压下加热至 200°C 以上且 380°C 以下。

[0021] 包含氢气和硫气体的混合气体对碳酸锂的供给量通过与该碳酸锂的量的关系来适当地确定。具体而言,如下所述。

[0022] 对于硫气体,优选通过与作为烧成对象物的碳酸锂的摩尔数的关系来确定供给量。即,硫气体优选以硫元素的摩尔数相对于碳酸锂的摩尔数的值成为规定范围内的方式包含在烧成气氛中。具体而言,相对于1摩尔碳酸锂的硫元素的摩尔数例如优选6.0摩尔以上、进一步优选7.8摩尔以上、进而优选7.9摩尔以上。另一方面,前述硫元素的摩尔数例如优选19.0摩尔以下,进一步优选17.9摩尔以下,进而优选14.9摩尔以下。杂质的副产得到抑制,可以得到纯度高的硫化锂。需要说明的是,作为碳酸锂的烧成所副产的杂质,例如可以举出硫酸锂(Li_2SO_4)作为典型的物质。

[0023] 关于硫元素对碳酸锂的供给量,例如在通过固体硫的加热而产生硫气体的情况下,可以由固体硫的减少量算出。

[0024] 对于氢气,也优选通过与作为烧成对象物的碳酸锂的摩尔数的关系来确定供给量。即,优选以氢气的摩尔数相对于碳酸锂的摩尔数的值成为规定范围内的方式包含在烧成气氛中。具体而言,优选以成为8.5以上且12.0以下的方式包含于烧成气氛中。亦即,相对于1摩尔碳酸锂的氢气的摩尔数例如优选8.5摩尔以上、进一步优选9.0摩尔以上、进而优选9.5摩尔以上。另一方面,前述氢气的摩尔数例如优选12.0摩尔以下,进一步优选11.0摩尔以下,进而优选10.0摩尔以下。杂质的副产得到抑制,可以得到纯度高的硫化锂。

[0025] 氢气对碳酸锂的供给量例如可以通过设置在氢气源(例如氢气泵)与反应体系(例如加热炉)之间的流量计来测量。

[0026] 从良好地生成硫化锂的观点出发,烧成温度例如优选650°C以上、进一步优选700°C以上、进而优选为碳酸锂的熔点的723°C以上。另外,从碳酸锂的良好的反应效率和防止碳酸锂被分解的观点出发,烧成温度例如优选1310°C以下,进一步优选1000°C以下,进而优选800°C以下。

[0027] 将包含硫气体和氢气的前述混合气体供给至碳酸锂并进行该碳酸锂的烧成的情况下,从可靠地生成硫化锂的观点出发,优选在反应体系的温度达到650°C以上之后,向碳酸锂供给前述混合气体。例如在将碳酸锂配置于加热炉内进行烧成的情况下,优选在加热炉内的温度达到650°C以上之后,使前述混合气体在该加热炉内流通。

[0028] 另一方面,从抑制硫酸锂等杂质生成的观点出发,优选的是,在直至反应体系的温度达到650°C为止,不向反应体系内供给前述混合气体,而仅将非活性气体供给至反应体系内。例如在将碳酸锂配置于加热炉内进行烧成的情况下,优选的是,在直至加热炉内的温度达到650°C为止,仅使氮气等非活性气体在该加热炉内流通,而不使前述混合气体流通。

[0029] 关于烧成时间,在将硫元素和氢气的供给量设定为上述值的基础上,以可靠地生成硫化锂的方式进行设定。例如,对于本发明中得到的硫化锂而言,优选的是,在通过使用CuK α 1射线的X射线衍射(以下也称为“XRD”)装置测定的X射线衍射谱图中,在将 $2\theta=31.2^\circ\pm 1.0^\circ$ 的位置的衍射峰设为峰A、将 $2\theta=21.3^\circ\pm 1.2^\circ$ 的位置的衍射峰设为峰B、将 $2\theta=22.2^\circ\pm 1.0^\circ$ 的位置的衍射峰设为峰C、将衍射峰A的强度设为 I_a 、将衍射峰B的强度设为 I_b 、将衍射峰C的强度设为 I_c 时, I_b 相对于 I_a 的值、即 I_b/I_a 的值优选0.024以下,进一步优选0.011以下,进而优选0.001以下。另外,优选的是, I_c 相对于 I_a 的值、即 I_c/I_a 的值优选0.19以下,进一步优选0.070以下,进而优选0.040以下。通过如此设定烧成时间,从而可以顺利地得到杂质的存在被抑制的高纯度的硫化锂。

[0030] 需要说明的是,峰A为源自硫化锂的(200)面的衍射峰,峰B为源自碳酸锂的(110)面的衍射峰,峰C为源自硫酸锂的(11-1)面的衍射峰。

[0031] 在通过XRD装置测定的X射线衍射谱图中,峰A的位置为 $2\theta=31.2^\circ\pm 1.0^\circ$,也可以为 $2\theta=31.2^\circ\pm 0.7^\circ$,也可以为 $2\theta=31.2^\circ\pm 0.5^\circ$,也可以为 $2\theta=31.2^\circ\pm 0.3^\circ$ 。

[0032] 在通过XRD装置测定的X射线衍射谱图中,峰B的位置为 $2\theta=21.3^\circ\pm 1.2^\circ$,也可以为 $2\theta=21.3^\circ\pm 0.9^\circ$,也可以为 $2\theta=21.3^\circ\pm 0.6^\circ$,也可以为 $2\theta=21.3^\circ\pm 0.3^\circ$ 。

[0033] 在通过XRD装置测定的X射线衍射谱图中,峰C的位置为 $2\theta=22.2^\circ\pm 1.0^\circ$,也可以为 $2\theta=22.2^\circ\pm 0.7^\circ$,也可以为 $2\theta=22.2^\circ\pm 0.5^\circ$,也可以为 $2\theta=22.2^\circ\pm 0.3^\circ$ 。

[0034] 本制造方法中,有时为了碳酸锂的烧成而供给的前述混合气体的一部分会以未反应状态从反应体系被排出,或者反应的副产物会从反应体系被排出。例如在硫气体以未反

应的状态从反应体系被排出的情况下,通过例如将被排出的气体冷却,可以使硫气体固化并去除。另外,在作为反应的副产物的硫化氢气体从反应体系被排出的情况下,通过例如将被排出的气体在次氯酸或其盐的水溶液中鼓泡,可以将硫化氢氧化并去除。

[0035] 优选的是,在相对于碳酸锂为规定量的硫气体和氢气的供给结束后,停止前述混合气体的流通并停止反应体系的加热,使反应停止。如此,可以安全地以高纯度得到目标硫化锂。

[0036] 在如此得到的硫化锂中,作为杂质的硫酸锂可以以未反应的状态残留有一部分,但优选未残留硫酸锂。本发明中,还可以进行去硫除酸锂的反应工序。可以抑制硫酸锂残留所导致的硫化锂的纯度的降低。

[0037] 具体而言,可以在使含有硫酸锂的硫化锂(以下,方便起见,将该硫化锂称为“未纯化硫化锂”)的粉末静置的状态下或流动的状态下,在包含氢气的气氛中,供于使该未纯化硫化锂与氢气反应的加热工序。加热工序可以在开放体系中进行。在开放体系中进行加热工序是指:进行加热工序的反应体系不存在于封闭的空间内。本制造方法中的未纯化硫化锂的加热工序可以边使包含氢气的气氛对该未纯化硫化锂的粉末流通边进行。具体而言,可以边使100%氢气或包含氢气的混合气体在配置有未纯化硫化锂的粉末的加热炉内流通,边将该加热炉加热,将该未纯化硫化锂加热。通过采用这种加热方法,从而该未纯化硫化锂中所含的杂质即硫酸锂会与氢气发生反应,硫酸锂被还原,生成硫化锂。其结果,硫化锂的纯度变高。

[0038] 此处,硫化锂的纯度高没有特别限定,例如是指:本发明中得到的产物中的硫化锂的比例优选为87质量%以上、进一步优选为89质量%以上、进而优选为90质量%以上。

[0039] 在将未纯化硫化锂加热时使用的气氛为包含氢气的混合气体的情况下,该混合气体可以在氢气的基础上包含作为其他气体的各种非活性气体、例如氮气、氩气等稀有气体等。从安全地进行本制造方法的观点、效率良好地进行反应的出发点,优选在将氢气用非活性气体稀释了的状态下使用。对于非活性气体与氢气的混合比例,相对于两者的总和,氢气的比例例如优选1.0体积%以上、进一步优选1.5体积%以上、进而优选2.0体积%以上。另一方面,前述比例例如优选4.0体积%以下、进一步优选3.5体积%以下、进而优选3.0体积%以下。这是由于可以得到高的安全性和良好的反应效率。

[0040] 需要说明的是,关于对未纯化硫化锂进行加热时使用的气氛,优选为氢气100%、或者用非活性气体稀释成规定浓度的氢气,从得到高纯度的硫化锂的观点出发,优选除此以外的气体不包含于前述气氛中。

[0041] 使未纯化硫化锂与氢气反应时的加热温度例如优选750°C以上、进一步优选842°C以上。另一方面,前述加热温度例如优选1377°C以下、进一步优选1000°C以下、进而优选900°C以下。这是由于可以通过氢气使未纯化硫化锂中所含的硫酸锂充分还原并去除。

[0042] 前述加热温度是指:例如,在未纯化硫化锂配置于加热炉内的情况下,该加热炉的加热温度。

[0043] 在将未纯化硫化锂加热的状态下与氢气反应时,该未纯化硫化锂例如可以在加热至上述规定温度后使氢气流通,或者从达到规定温度前使氢气流通。

[0044] 在将未纯化硫化锂加热的状态下与氢气反应的时间可以根据加热温度等其他条件而适宜调整。本发明中,优选以该未纯化硫化锂中所含的硫酸锂被充分去除的方式设定

反应时间。优选的是,本发明中的反应时间优选1小时以上、进一步优选2小时以上、进而优选3小时以上。

[0045] 为了与未纯化硫化锂反应而供给的氢气的流量可以根据反应温度、反应时间而适宜调整。本发明中,优选氢气的摩尔数相对于碳酸锂的摩尔数的值成为例如0.019摩尔/分钟以上且0.038摩尔/分钟以下的流量。这是由于,可以充分去除该未纯化硫化锂中所含的硫酸锂。

[0046] 优选的是,未纯化硫化锂与氢气的反应充分地进行,一旦该未纯化硫化锂中所含的硫酸锂被充分去除,就停止氢气的流通,并停止反应体系的加热,使反应停止。这是由于可以以高纯度得到目标硫化锂。

[0047] 得到的硫化锂供于作为后处理的粉碎工序和筛分工序,可以形成具有适当的粒度分布的粉体。

[0048] 以本制造方法得到的硫化锂例如作为锂离子电池的硫化物系固体电解质的原料是有用的。例如使硫化锂与五硫化二磷(P_2S_5)或其他硫化物进行机械研磨反应,可以合成例如 $Li_7P_3S_{11}$ 、 $LiPS_4$ 等固体电解质。或者,将硫化锂与五硫化二磷与氯化锂(LiCl)和/或溴化锂(LiBr)等卤化锂的混合物在非活性气体气氛下或硫化氢气氛下进行烧成,从而可以合成晶体的固体电解质、例如具有硫银锗矿型晶体结构的晶相的固体电解质。

[0049] 需要说明的是,为了合成固体电解质,作为与硫化锂反应的物质,没有特别限定。例如除上述五硫化二磷之外,还可以举出硫化硅(SiS_2)、硫化锗(GeS_2)等。

[0050] 实施例

[0051] 以下,根据实施例进一步详细地对本发明进行说明。但是,本发明的保护范围不限于这些实施例。只要没有特别说明,“%”是指“质量%”。

[0052] (实施例1)

[0053] (1) 混合气体的准备

[0054] 准备用氮气稀释的氢气(浓度3.5vol%)。另行准备不同于其的固体硫,将其放入至烧瓶内,将该烧瓶在有罩加热器中加热至 $200^{\circ}\text{C} \sim 380^{\circ}\text{C}$,使固体硫气化,产生硫气体。然后,将硫气体与用氮气稀释的氢气混合,得到混合气体。该混合气体中的硫气体与氢气的比例通过调整固体硫的加热温度、和用氮气稀释的氢气的流量等而制成规定的比例。

[0055] (2) 碳酸锂的粉末的准备

[0056] 准备 D_{50} 为 $5.9\mu\text{m}$ 的碳酸锂的粉末。将规定量的碳酸锂的粉末在管状炉内静置。

[0057] (3) 管状炉的加热

[0058] 对管状炉所具备的电热加热器通电,将该管状炉加热。此时,使氮气在管状炉内流通。

[0059] (4) 碳酸锂的烧成

[0060] 在管状炉内的温度达到 750°C 的时刻保持该温度,使(1)中准备好的混合气体在管状炉内流通,进行碳酸锂的烧成,制造硫化锂。烧成时间设为以下的表1所示。在该时间内向碳酸锂供给的硫元素的摩尔数和氢气的摩尔数相对于1摩尔碳酸锂设为同一表所示。同一表所示的时间的烧成结束后,停止混合气体的供给,且停止管状炉的加热,使反应结束。

[0061] (实施例2至4以及比较例1和2)

[0062] 使烧成时间为表1所示的值。另外,使向碳酸锂供给的硫元素的摩尔数和氢气的摩

尔数相对于1摩尔碳酸锂为同一表所示。除这些之外,与实施例1同样地制造硫化锂。

[0063] (评价)

[0064] 对于实施例和比较例中得到的硫化锂进行XRD测定,求出上述峰A、峰B和峰C的强度 I_a 、 I_b 和 I_c ,算出 I_b/I_a 和 I_c/I_a 。进而,由各峰的强度算出产物中所含的各物质的组成(质量%)。将这些结果示于以下的表1。需要说明的是,表1的组成的结果中的“-”是指为0.01以下,峰强度比中的“-”是指为0.001以下。另外,将相对于1摩尔碳酸锂供给的硫元素的摩尔数与产物中所含的硫化锂的比例的关系制成图表示于图1。

[0065] XRD的测定条件设为以下所述。

[0066] • 装置名:全自动多功能X射线衍射装置SmartLab SE(Rigaku Corporation)

[0067] • 射线源:CuK α 1

[0068] • 管电压:40kV

[0069] • 管电流:50mA

[0070] • 测定方法:集中法(反射法)

[0071] • 光学体系:多层膜镜发散束法(CB0- α)

[0072] • 检测器:一维半导体检测器

[0073] • 入射索拉狭缝:索拉狭缝 2.5°

[0074] • 长度限制狭缝:10mm

[0075] • 光接收索拉狭缝: 2.5°

[0076] • 入射狭缝: $1/6^\circ$

[0077] • 光接收狭缝:2mm(开放)

[0078] • 测定范围: $2\theta=10\sim 120^\circ$

[0079] • 步进幅度: 0.02°

[0080] • 扫描速度: $1.0^\circ/\text{分钟}$

[0081] [表1]

[0082]

| | 实施例1 | 实施例2 | 实施例3 | 实施例4 | 比较例1 | 比较例2 | |
|--|--------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|------|
| 烧成时间(分钟) | 328 | 328 | 321 | 300 | 328 | 328 | |
| S挥发量/ Li_2CO_3 (摩尔比) | 7.8 | 11.5 | 15.0 | 17.9 | 5.9 | 23.4 | |
| H_2 总量/ Li_2CO_3 (摩尔比) | 10.0 | 10.0 | 9.7 | 9.1 | 10.0 | 10.0 | |
| 组成 (质量%) | Li_2S | 92.5 | 94.6 | 93.9 | 92.4 | 86.2 | 86.4 |
| | Li_2SO_4 | 6.8 | 2.5 | 4.3 | 3.1 | 11.4 | 6.7 |
| | Li_2CO_3 | 0.7 | — | 0.3 | 1.5 | 1.9 | 2.0 |
| | Li_2O | — | 0.3 | — | 0.3 | — | — |
| | LiOH | — | 0.4 | — | — | 0.5 | — |
| | S | — | 2.1 | 1.5 | 2.1 | — | 4.9 |
| 峰强度比 (Ib/Ia) | 0.0115 | — | 0.0107 | 0.0106 | 0.0241 | 0.0038 | |
| 峰强度比 (Ic/Ia) | 0.0434 | 0.0425 | 0.0689 | 0.0506 | 0.1980 | 0.1580 | |

[0083] 由表1和图1所示的结果明确可知,各实施例中得到的硫化锂与比较例中得到的硫化锂相比纯度高。

[0084] 产业上的可利用性

[0085] 根据本发明,可以制造硫化锂而不使用硫化氢作为起始原料。

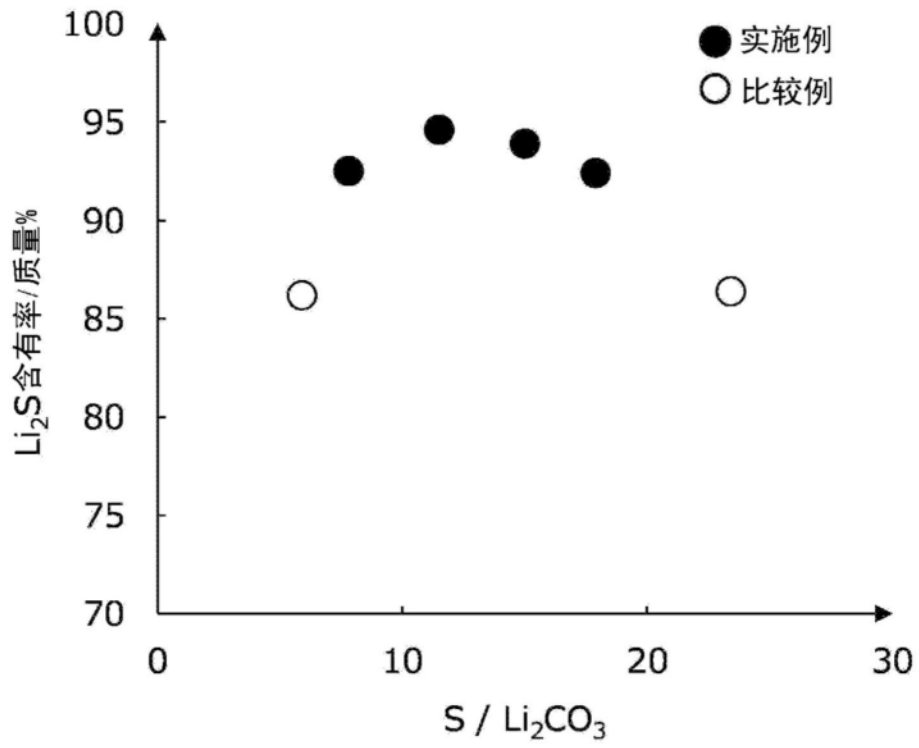


图1