



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106241840 A

(43)申请公布日 2016.12.21

(21)申请号 201610812329.7

(22)申请日 2016.09.08

(71)申请人 甘肃立焱新能源科技发展有限公司

地址 733000 甘肃省武威市天祝藏族自治县宽沟工业园区

(72)发明人 缪世伟 罗承志 刘健 杨建

(74)专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227

代理人 赵青朵

(51)Int.Cl.

C01D 15/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书8页 附图1页

(54)发明名称

一种六氟磷酸锂的制备方法和制备系统

(57)摘要

本发明提供了一种六氟磷酸锂的制备方法,本发明提供的制备方法采用氟化钙作为氟源,同时采用有机溶剂作为溶剂,制备过程中避免使用氢氟酸,使制备过程以及产物更加安全。并且,得到六氟磷酸锂直接冷冻结晶干燥即可得到高纯度的六氟磷酸锂,不需要借助任何溶剂。本方法制备过程中不排放气体、液体,干燥时产生的气体经冷冻回收循环使用,唯一副产物为固体氯化钙,经提纯后为大规模常规化学品,实现了无污染的绿色制备。

1. 一种六氟磷酸锂的制备系统,其特征在于,包括:

五氟化磷气体发生器,所述五氟化磷气体发生器包括:反应腔室、开设于所述反应腔室的侧壁上的氟源物质入口、设置于所述反应腔室上部并与所述反应腔室相连通的间断投料装置、以及设置于所述反应腔室上部的排气冷凝装置;

气体入口与所述排气冷凝装置的出口相连的高效合成反应器,所述高效合成反应器顶部开设有锂源物质入口;

合成液入口与所述高效合成反应器的合成液出口相连的冷冻结晶装置;

物料入口与所述冷冻结晶装置的出料口相连的、可旋转的真空干燥装置,所述真空干燥装置内设置有高速粉碎机。

2. 根据权利要求1所述制备系统,其特征在于,还包括设置于所述排气冷凝装置与所述高效合成反应器之间的气体纯化装置。

3. 根据权利要求1所述的制备系统,其特征在于,所述高效合成反应器的气体入口开设于所述高效合成反应器的底部。

4. 一种采用权利要求1~3任意一项所述的制备系统制备六氟磷酸锂的方法,其特征在于,包括以下步骤:

A) 将氟化钙通过氟源物质入口、五氟化磷通过间断投料装置置于五氟化磷气体发生器的反应腔室内混合进行反应,反应产物经过所述排气冷凝装置进行冷冻后,得到五氟化磷气体;

B) 氟化锂通过锂源物质入口加入到盛放有有机溶剂的高效合成反应器中,混合搅拌,得到混悬液;

所述五氟化磷气体通过所述高效合成反应器的气体入口通入至所述混悬液中,进行搅拌反应;

C) 步骤B)得到的反应产物通过冷冻结晶装置的合成液入口进入所述冷冻结晶装置,进行分步冷却结晶,得到六氟磷酸锂;

D) 所述六氟磷酸锂通过所述冷冻结晶装置的出料口被输送至所述真空干燥装置中,在惰性气体条件与真空条件交替情况下,同时进行粉碎和旋转干燥,得到干燥的六氟磷酸锂。

5. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,步骤A)中,所述反应的温度为200~400℃,所述反应的压力为0.5~1.2MPa。

6. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,步骤A)中,所述冷冻的温度为-80℃~-40℃。

7. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,所述有机溶剂选自碳酸酯类有机溶剂、醚类有机溶剂或乙腈。

8. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,步骤B)中,所述搅拌反应的温度为0~40℃,所述搅拌反应的时间为6~24小时。

9. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,所述分步冷却结晶的方法为:

将所述含有六氟磷酸锂的有机溶液经过0~-20℃冷冻4~8小时后,再降温至-30℃~-40℃进行析晶8~16小时。

10. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,所述干燥的温度为80~120℃,所述真空条件的压力为-0.08~-0.1MPa。

一种六氟磷酸锂的制备方法和制备系统

技术领域

[0001] 本发明属于含氟化合物技术领域,具体涉及一种六氟磷酸锂的制备方法和制备系统。

背景技术

[0002] 现有制备六氟磷酸锂的工艺多采用HF作为氟源, HF属于剧毒化合物, 生产过程中存在对人体的健康危害和污染, 同时合成反应后的副产物为含有HF的盐酸, 处理的代价非常高。并且, 六氟磷酸锂粗品的纯化主要采用HF工艺进行, 残留在六氟磷酸锂中的HF会影响后续产品-锂离子电池的使用安全。另外, 六氟磷酸锂制备过程中在干燥时多采用真空直接干燥的方式进行, 受热不均匀及加热过度的现象导致六氟磷酸锂分解, 使得产率和纯度较低。

发明内容

[0003] 有鉴于此, 本发明要解决的技术问题在于提供一种六氟磷酸锂的制备方法和装置, 本发明提供的制备方法安全, 产物的得率和纯度高, 并且副产物没有污染。

[0004] 本发明提供了一种六氟磷酸锂的制备系统, 包括:

[0005] 五氟化磷气体发生器, 所述五氟化磷气体发生器包括: 反应腔室、开设于所述反应腔室的侧壁上的氟源物质入口、设置于所述反应腔室上部并与所述反应腔室相连通的间断投料装置、以及设置于所述反应腔室上部的排气冷凝装置;

[0006] 气体入口与所述排气冷凝装置的出口相连的高效合成反应器, 所述高效合成反应器顶部开设有锂源物质入口;

[0007] 合成液入口与所述高效合成反应器的合成液出口相连的冷冻结晶装置;

[0008] 物料入口与所述冷冻结晶装置的出料口相连的、可旋转的真空干燥装置, 所述真空干燥装置内设置有高速粉碎机。

[0009] 优选的, 还包括设置于所述排气冷凝装置与所述高效合成反应器之间的气体纯化装置。

[0010] 优选的, 所述高效合成反应器的气体入口开设于所述高效合成反应器的底部。

[0011] 本发明还提供了一种采用上述制备系统制备六氟磷酸锂的方法, 包括以下步骤:

[0012] A) 将氟化钙通过氟源物质入口、五氟化磷通过间断投料装置置于五氟化磷气体发生器的反应腔室内混合进行反应, 反应产物经过所述排气冷凝装置进行冷冻后, 得到五氟化磷气体;

[0013] B) 氟化锂通过锂源物质入口加入到盛放有有机溶剂的高效合成反应器中, 混合搅拌, 得到混悬液;

[0014] 所述五氟化磷气体通过所述高效合成反应器的气体入口通入至所述混悬液中, 进行搅拌反应;

[0015] C) 步骤B) 得到的反应产物通过冷冻结晶装置的合成液入口进入所述冷冻结晶装

置,进行分步冷却结晶,得到六氟磷酸锂;

[0016] D)所述六氟磷酸锂通过所述冷冻结晶装置的出料口被输送至所述真空干燥装置中,在惰性气体条件与真空条件交替情况下,同时进行粉碎和旋转干燥,得到干燥的六氟磷酸锂。

[0017] 优选的,步骤A)中,所述反应的温度为200~400℃,所述反应的压力为0.5~1.2MPa。

[0018] 优选的,步骤A)中,所述冷冻的温度为-80℃~-40℃。

[0019] 优选的,所述有机溶剂选自碳酸酯类有机溶剂、醚类有机溶剂或乙腈。

[0020] 优选的,步骤B)中,所述搅拌反应的温度为0~40℃,所述搅拌反应的时间为6~24小时。

[0021] 优选的,所述分步冷却结晶的方法为:

[0022] 将所述含有六氟磷酸锂的有机溶液经过0~-20℃冷冻4~8小时后,再降温至-30℃~-40℃进行析晶8~16小时。

[0023] 优选的,所述干燥的温度为80~120℃,所述真空条件的压力为-0.08~-0.1MPa。

[0024] 与现有技术相比,本发明提供了一种采用本发明的制备系统制备六氟磷酸锂的方法,包括以下步骤:A)将氟化钙通过氟源物质入口、五氯化磷通过间断投料装置置于五氟化磷气体发生器的反应腔室内混合进行反应,反应产物经过所述排气冷凝装置进行冷冻后,得到五氟化磷气体;B)氟化锂通过锂源物质入口加入到盛放有有机溶剂的高效合成反应器中,混合搅拌,得到混悬液;所述五氟化磷气体通过所述高效合成反应器的气体入口通入至所述混悬液中,进行搅拌反应;C)步骤B)得到的反应产物通过冷冻结晶装置的合成液入口进入所述冷冻结晶装置,进行分步冷却结晶,得到六氟磷酸锂;D)所述六氟磷酸锂通过所述冷冻结晶装置的出料口被输送至所述真空干燥装置中,在惰性气体条件与真空条件交替情况下,同时进行粉碎和旋转干燥,得到干燥的六氟磷酸锂。本发明提供的制备方法采用氟化钙作为氟源,同时采用有机溶剂作为溶剂,制备过程中避免使用氢氟酸,使制备过程以及产物更加安全。并且,得到六氟磷酸锂直接冷冻结晶干燥即可得到高纯度的六氟磷酸锂,不需要借助任何溶剂。本方法制备过程中不排放气体、液体,干燥时产生的气体经冷冻回收循环使用,唯一副产物为固体氯化钙,经提纯后为大规模常规化学品,实现了无污染的绿色制备。

[0025] 结果表明,本发明提供的制备方法制备得到的六氟磷酸锂的纯度 $\geq 99.9\%$,收率 $\geq 15\%$ 。

附图说明

[0026] 图1为本发明提供的六氟磷酸锂的制备系统的结构示意图。

具体实施方式

[0027] 本发明提供了一种六氟磷酸锂的制备系统,包括:

[0028] 五氟化磷气体发生器,所述五氟化磷气体发生器包括:反应腔室、开设于所述反应腔室的侧壁上的氟源物质入口、设置于所述反应腔室上部并与所述反应腔室相连通的间断投料装置、以及设置于所述反应腔室上部的排气冷凝装置;

[0029] 气体入口与所述排气冷凝装置的出口相连的高效合成反应器,所述高效合成反应器顶部开设有锂源物质入口;

[0030] 合成液入口与所述高效合成反应器的合成液出口相连的冷冻结晶装置;

[0031] 物料入口与所述冷冻结晶装置的出料口相连的、可旋转的真空干燥装置,所述真空干燥装置内设置有高速粉碎机。

[0032] 结合图1,对本发明提供的六氟磷酸锂的制备系统进行详细介绍,图1为本发明提供的六氟磷酸锂的制备系统的结构示意图。

[0033] 本发明提供的六氟磷酸锂的制备系统包括五氟化磷气体发生器,所述五氟化磷气体发生器为将氟源物质和磷源物质混合进行反应,制备五氟化磷的场所。

[0034] 具体的,所述五氟化磷气体发生器包括:

[0035] 反应腔室、

[0036] 开设于所述反应腔室的侧壁上的氟源物质入口、

[0037] 设置于所述反应腔室上部并与所述反应腔室相连通的间断投料装置、

[0038] 以及设置于所述反应腔室上部的排气冷凝装置;

[0039] 所述五氟化磷气体发生器包括反应腔室,所述反应原料在所述反应腔室内进行反应。在本发明中,所述五氟化磷气体的制备是在高温高压条件下进行反应,因此,所述反应腔室能够承受一定的温度和压力。

[0040] 所述五氟化磷气体发生器还包括开设于所述反应腔室的侧壁上的氟源物质入口。所述氟源入口为本发明反应原料氟化钙输送口,所述氟化钙通过所述氟源物质入口进入所述反应腔室内。

[0041] 所述五氟化磷气体发生器还包括设置于所述反应腔室上部并与所述反应腔室相连通的间断投料装置,本发明反应原料五氯化磷通过所述间断投料装置进入所述反应腔室内。

[0042] 所述五氯化磷气体发生装置还包括设置于所述反应腔室上部的排气冷凝装置,所述排气冷凝装置用于冷却制备得到的产物,从而可以得到五氟化磷气体。

[0043] 本发明提供的六氟磷酸锂的制备系统还包括气体入口与所述排气冷凝装置的出口相连的高效合成反应器,所述高效合成反应器顶部开设有锂源物质入口。

[0044] 所述高效合成反应器为五氟化磷气体与所述氟化锂进行反应的场所。所述高效合成反应器顶部开设有锂源物质入口,氟化锂通过锂源物质入口进入至所述高效合成反应器。

[0045] 优选的,所述高效合成反应器的的气体入口开设于所述高效合成反应器的底部,从而可以使五氟化磷气体由底部进入高效合成反应器中,与所述氟化锂反应更加充分。

[0046] 在本发明的一些优选的实施方式中,所述六氟磷酸锂的制备系统还包括设置于所述排气冷凝装置与所述高效合成反应器之间的气体纯化装置,所述排气冷凝装置的出口与所述气体纯化装置的入口相连,所述气体纯化装置的出口与所述高效合成反应器的的气体入口相连。所述气体纯化装置用于纯化五氟化磷气体,从而保证五氟化磷气体的纯度满足制备六氟磷酸锂的要求。

[0047] 本发明提供的六氟磷酸锂的制备系统还包括合成液入口与所述高效合成反应器的合成液出口相连的冷冻结晶装置。在本发明中,所述冷冻结晶装置用于冷冻结晶所述合

成液,从而将六氟磷酸锂与所述有机溶剂分离,得到六氟磷酸锂。含有六氟磷酸锂的有机溶剂,即合成液通过所述高效合成反应器的合成液出口后,经过所述与所述合成液出口相连的冷冻结晶装置的合成液入口,进入至所述冷冻结晶装置中。

[0048] 本发明提供的六氟磷酸锂的制备系统还包括物料入口与所述冷冻结晶装置的出料口相连的、可旋转的用于粉碎和干燥六氟磷酸锂的真空干燥装置,所述真空干燥装置内设置有高速粉碎机。

[0049] 在本发明中,所述真空干燥装置用于干燥所述六氟磷酸锂,优选的,所述真空干燥装置以其自身的水平轴线为轴心进行旋转,从而可以实现物料的均匀加热,避免六氟磷酸锂由于受热不均匀或加热过度而导致六氟磷酸锂的分解。

[0050] 并且,所述真空干燥装置内部还设置有高速粉碎机。在对产物进行真空干燥的同时,还可以进行粉碎的工序,从而可以进一步的实现物料的均匀受热,提高产物的得率。

[0051] 本发明还提供了一种采用上述制备系统制备六氟磷酸锂的方法,包括以下步骤:

[0052] A)将氟化钙通过氟源物质入口、五氯化磷通过间断投料装置置于五氟化磷气体发生器的反应腔室内混合进行反应,反应产物经过所述排气冷凝装置进行冷冻后,得到五氟化磷气体;

[0053] B)氟化锂通过锂源物质入口加入到盛放有有机溶剂的高效合成反应器中,混合搅拌,得到混悬液;

[0054] 所述五氟化磷气体通过所述高效合成反应器的气体入口通入至所述混悬液中,进行搅拌反应;

[0055] C)步骤B)得到的反应产物通过冷冻结晶装置的合成液入口进入所述冷冻结晶装置,进行分步冷却结晶,得到六氟磷酸锂;

[0056] D)所述六氟磷酸锂通过所述冷冻结晶装置的出料口被输送至所述真空干燥装置中,在惰性气体条件与真空条件交替情况下,同时进行粉碎和旋转干燥,得到干燥的六氟磷酸锂。

[0057] 本发明首先将氟化钙通过氟源物质入口、五氯化磷通过间断投料装置置于五氟化磷气体发生器的反应腔室内混合进行反应,得到反应产物;

[0058] 在本发明中,所述反应的温度优选为200~400℃,更优选为250~350℃,所述反应的压力优选为0.5~1.2MPa,优选为0.8~1.0MPa。

[0059] 得到的反应产物经过所述排气冷凝装置进行冷冻,分离气体,得到五氯化磷气体。其中,所述冷冻的温度优选为-80℃~-40℃,更优选为-70℃~-50℃。在本发明中,所述五氯化磷气体的纯度>99.0%。

[0060] 在本发明中,氟化锂通过锂源物质入口加入到盛放有有机溶剂的高效合成反应器中,混合搅拌,得到混悬液;

[0061] 在本发明中,所述有机溶剂选自碳酸酯类有机溶剂、醚类有机溶剂或乙腈,优选为碳酸二甲酯、乙二醇二甲醚或乙腈。

[0062] 得到混悬液后,将所述五氟化磷气体通过所述高效合成反应器的气体入口通入至所述混悬液中,进行搅拌反应,得到含有六氟磷酸锂的有机溶液;

[0063] 其中,所述搅拌反应的温度优选为0~40℃,更优选为10~30℃;所述搅拌反应的时间优选为6~24小时,更优选为10~20小时。

[0064] 接着,所述含有六氟磷酸锂的有机溶液通过冷冻结晶装置的合成液入口进入所述冷冻结晶装置,进行分步冷却结晶,得到六氟磷酸锂。

[0065] 在本发明中,所述分步冷却结晶的方法优选为:

[0066] 将所述含有六氟磷酸锂的有机溶液经过 $0\sim-20^{\circ}\text{C}$ 冷冻 $4\sim 8$ 小时后,再降温至 $-30^{\circ}\text{C}\sim-40^{\circ}\text{C}$ 进行析晶 $8\sim 16$ 小时;

[0067] 更优选的,将所述含有六氟磷酸锂的有机溶液经过 $-5\sim-15^{\circ}\text{C}$,冷冻 $5\sim 7$ 小时后,再降温至 $-32^{\circ}\text{C}\sim-38^{\circ}\text{C}$ 进行析晶 $10\sim 14$ 小时。

[0068] 最后,所述六氟磷酸锂通过所述冷冻结晶装置的出料口被输送至所述真空干燥装置中,在惰性气体条件与真空条件交替情况下,同时进行粉碎和旋转干燥,得到干燥的六氟磷酸锂。

[0069] 在本发明中,所述干燥的温度优选为 $80\sim 120^{\circ}\text{C}$,更优选为 $90\sim 110^{\circ}\text{C}$,所述真空条件的压力优选为 $-0.08\sim-0.1\text{MPa}$ 。所述惰性气体条件优选为氮气气氛条件或氩气气氛条件。在本发明中,所述惰性气体条件与真空条件交替的频率为 $2\text{次}/\text{h}\sim 1\text{次}/2\text{h}$,所述旋转的转速为 $15\text{转}/\text{min}\sim 60\text{转}/\text{min}$ 。

[0070] 本发明提供的制备方法采用氟化钙作为氟源,同时采用有机溶剂作为溶剂,制备过程中避免使用氢氟酸,使制备过程以及产物更加安全。并且,得到六氟磷酸锂直接冷冻结晶干燥即可得到高纯度的六氟磷酸锂,不需要借助任何溶剂。本方法制备过程中不排放气体、液体,干燥时产生的气体经冷冻回收循环使用,唯一副产物为固体氯化钙,经提纯后为大规模常规化学品,实现了无污染的绿色制备。

[0071] 结果表明,本发明提供的制备方法制备得到的六氟磷酸锂的纯度 $\geq 99.9\%$,收率 $\geq 15\%$ 。

[0072] 为了进一步理解本发明,下面结合实施例对本发明提供的六氟磷酸锂的制备方法和制备系统进行说明,本发明的保护范围不受以下实施例的限制。

[0073] 实施例1

[0074] 本实施例提供了一种六氟磷酸锂的制备系统,包括:

[0075] 五氟化磷气体发生器,所述五氟化磷气体发生器包括:

[0076] 反应腔室、

[0077] 开设于所述反应腔室的侧壁上的氟源物质入口、

[0078] 设置于所述反应腔室上部并与所述反应腔室相连通的间断投料装置、

[0079] 以及设置于所述反应腔室上部的排气冷凝装置;

[0080] 入口与所述排气冷凝装置的出口相连的气体纯化装置;

[0081] 气体入口与所述纯化装置的出口相连的高效合成反应器,所述高效合成反应器顶部开设有锂源物质入口,所述高效合成反应器的气体入口开设于所述高效合成反应器的底部;

[0082] 合成液入口与所述高效合成反应器的合成液出口相连的冷冻结晶装置;

[0083] 物料入口与所述冷冻结晶装置的出料口相连的、可旋转的用于粉碎和干燥六氟磷酸锂的真空干燥装置,所述真空干燥装置内设置有高速粉碎机。

[0084] 实施例2

[0085] 1、采用实施例1提供的制备系统,将氟化钙通过氟源物质入口、五氟化磷通过间断

投料装置置于五氟化磷气体发生器的反应腔室内混合在0.5MPa的压力下,在温度300℃下制备五氟化磷气体,得到反应产物;

[0086] 所述反应产物经过所述排气冷凝装置在-80℃下冷冻后分离气体得到纯度大于99.0%的五氟化磷气体。

[0087] 2、氟化锂通过锂源物质入口加入到盛放有乙腈的高效合成反应器中,混合搅拌,得到混悬液;

[0088] 所述五氟化磷气体通过所述高效合成反应器的气体入口通入至所述混悬液中,进行搅拌反应,控制温度为20℃,搅拌时间为6h后过滤不溶物,得到含六氟磷酸锂的有机溶液。

[0089] 3、所述含有六氟磷酸锂的有机溶液通过冷冻结晶装置的合成液入口进入所述冷冻结晶装置,分步经历0℃,8h后再降温至-40℃进行析晶8h,通过出料口自动输送得到除结晶溶剂以外含其他杂质很少的高纯六氟磷酸锂。

[0090] 4、所述高纯六氟磷酸锂通过所述冷冻结晶装置的出料口被输送至所述真空干燥装置中,在惰性气体和真空-0.1MPa交替保护下80℃干燥,所述惰性气体和真空条件的交替频率为1次/2h,同时进行粉碎和旋转加热24h后得到干燥的六氟磷酸锂。

[0091] 5、测定步骤4得到的干燥的六氟磷酸锂的纯度以及计算收率,结果为产品纯度 \geq 99.9%,收率15%。

[0092] 本方法制备过程中不排放气体、液体,干燥时产生的气体经冷冻回收循环使用,唯一副产物为固体氯化钙,经提纯后为大规模常规化学品对外销售,实现了无污染的绿色制备。

[0093] 实施例3

[0094] 1、采用实施例1提供的制备系统,将氟化钙通过氟源物质入口、五氟化磷通过间断投料装置置于五氟化磷气体发生器的反应腔室内混合在1.2MPa的压力下,在温度200℃下制备五氟化磷气体,得到反应产物;

[0095] 所述反应产物经过所述排气冷凝装置在-80℃下冷冻后分离气体得到纯度大于99.0%的五氟化磷气体。

[0096] 2、氟化锂通过锂源物质入口加入到盛放有碳酸二甲酯的高效合成反应器中,混合搅拌,得到混悬液;

[0097] 所述五氟化磷气体通过所述高效合成反应器的气体入口通入至所述混悬液中,进行搅拌反应,控制温度为20℃,搅拌时间为6h后过滤不溶物,得到含六氟磷酸锂的有机溶液。

[0098] 3、所述含有六氟磷酸锂的有机溶液通过冷冻结晶装置的合成液入口进入所述冷冻结晶装置,分步经历-10℃,8h后再降温至-40℃进行析晶8h,通过出料口自动输送得到除结晶溶剂以外含其他杂质很少的高纯六氟磷酸锂。

[0099] 4、所述高纯六氟磷酸锂通过所述冷冻结晶装置的出料口被输送至所述真空干燥装置中,在惰性气体和真空-0.08MPa交替保护下120℃干燥,所述惰性气体和真空条件的交替频率为2次/h,同时进行粉碎和旋转加热24h后得到干燥的六氟磷酸锂。

[0100] 5、测定步骤4得到的干燥的六氟磷酸锂的纯度以及计算收率,结果为产品纯度 \geq 99.9%,收率15%。

[0101] 本方法制备过程中不排放气体、液体,干燥时产生的气体经冷冻回收循环使用,唯一副产物为固体氯化钙,经提纯后为大规模常规化学品对外销售,实现了无污染的绿色制备。

[0102] 实施例4

[0103] 1、采用实施例1提供的制备系统,将氟化钙通过氟源物质入口、五氯化磷通过间断投料装置置于五氯化磷气体发生器的反应腔室内混合在0.9MPa的压力下,在温度260℃下制备五氯化磷气体,得到反应产物;

[0104] 所述反应产物经过所述排气冷凝装置在-80℃下冷冻后分离气体得到纯度大于99.0%的五氯化磷气体。

[0105] 2、氟化锂通过锂源物质入口加入到盛放有乙二醇二甲醚的高效合成反应器中,混合搅拌,得到混悬液;

[0106] 所述五氯化磷气体通过所述高效合成反应器的气体入口通入至所述混悬液中,进行搅拌反应,控制温度为25℃,搅拌时间为6h后过滤不溶物,得到含六氟磷酸锂的有机溶液。

[0107] 3、所述含有六氟磷酸锂的有机溶液通过冷冻结晶装置的合成液入口进入所述冷冻结晶装置,分步经历-10℃,8h后再降温至-25℃进行析晶8h,通过出料口自动输送得到除结晶溶剂以外含其他杂质很少的高纯六氟磷酸锂。

[0108] 4、所述高纯六氟磷酸锂通过所述冷冻结晶装置的出料口被输送至所述真空干燥装置中,在惰性气体和真空-0.08MPa交替保护下100℃干燥,所述惰性气体和真空条件的交替频率为1次/h,同时进行粉碎和旋转加热24h后得到干燥的六氟磷酸锂。

[0109] 5、测定步骤4得到的干燥的六氟磷酸锂的纯度以及计算收率,结果为产品纯度 \geq 99.9%,收率15%。

[0110] 本方法制备过程中不排放气体、液体,干燥时产生的气体经冷冻回收循环使用,唯一副产物为固体氯化钙,经提纯后为大规模常规化学品对外销售,实现了无污染的绿色制备。

[0111] 实施例5

[0112] 1、采用实施例1提供的制备系统,将氟化钙通过氟源物质入口、五氯化磷通过间断投料装置置于五氯化磷气体发生器的反应腔室内混合在0.9MPa的压力下,在温度260℃下制备五氯化磷气体,得到反应产物;

[0113] 所述反应产物经过所述排气冷凝装置在-80℃下冷冻后分离气体得到纯度大于99.0%的五氯化磷气体。

[0114] 2、氟化锂通过锂源物质入口加入到盛放有乙腈的高效合成反应器中,混合搅拌,得到混悬液;

[0115] 所述五氯化磷气体通过所述高效合成反应器的气体入口通入至所述混悬液中,进行搅拌反应,控制温度为40℃,搅拌时间为4h后过滤不溶物,得到含六氟磷酸锂的有机溶液。

[0116] 3、所述含有六氟磷酸锂的有机溶液通过冷冻结晶装置的合成液入口进入所述冷冻结晶装置,分步经历0℃,8h后再降温至-30℃进行析晶8h,通过出料口自动输送得到除结晶溶剂以外含其他杂质很少的高纯六氟磷酸锂。

[0117] 4、所述高纯六氟磷酸锂通过所述冷冻结晶装置的出料口被输送至所述真空干燥装置中,在惰性气体和真空-0.08MPa交替保护下120℃干燥,所述惰性气体和真空条件的交替频率为2次/h,同时进行粉碎和旋转加热16h后得到干燥的六氟磷酸锂。

[0118] 5、测定步骤4得到的干燥的六氟磷酸锂的纯度以及计算收率,结果为产品纯度 $\geq 99.9\%$,收率15%。

[0119] 本方法制备过程中不排放气体、液体,干燥时产生的气体经冷冻回收循环使用,唯一副产物为固体氯化钙,经提纯后为大规模常规化学品对外销售,实现了无污染的绿色制备。

[0120] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

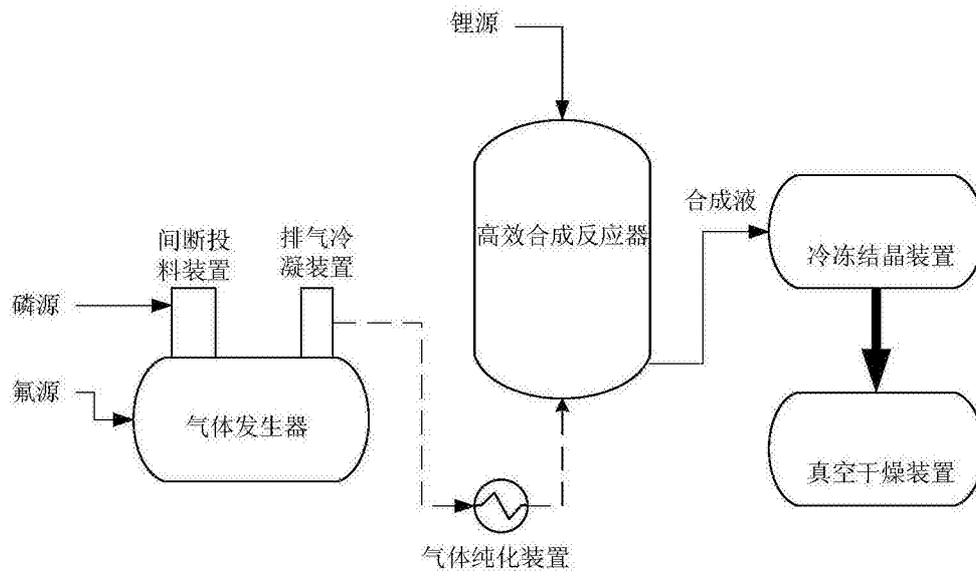


图1