



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113772694 A

(43) 申请公布日 2021.12.10

(21) 申请号 202111151265.8

(22) 申请日 2021.09.29

(71) 申请人 湖北省宏源药业科技股份有限公司

地址 438600 湖北省黄冈市罗田县凤山镇
经济开发区宏源路8号

(72) 发明人 舒伟锋 贾雪枫 金桥 李锐
张响飞 肖鹏 丁奎

(51) Int.Cl.

C01D 13/00 (2006.01)

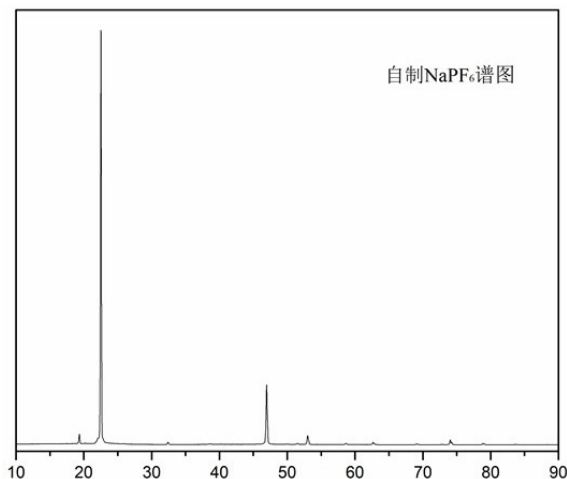
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54) 发明名称

一种高纯六氟磷酸钠的制备方法

(57) 摘要

本申请公开了一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,涉及钠离子电池技术领域,制备步骤包括:(1)将电池级LiPF₆氮气保护下加入裂解釜中;(2)将裂解釜加热至一定温度并保温一段时间,使LiPF₆分解完全;(3)向合成釜中加入适量溶剂,再加入一定量的高纯氟化钠于一定温度下搅拌溶解;(4)将(2)中生成的气体导入合成釜中,在一定条件下流态化反应,得到六氟磷酸钠合成液;(5)反应完成后,将合成液过滤除去不溶物,得到合成母液;(6)将合成母液进行降温结晶,过滤;(7)固体料进行真空干燥即可得到六氟磷酸钠成品,结晶母液回用于氟化钠溶解。所得产品纯度高,收率高,工艺安全性高,设备简单。



1. 一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,包括以下步骤:
 - (1) 将电池级LiPF₆于氮气保护下加入裂解反应釜中;
 - (2) 将裂解反应釜加热至一定温度并保温一段时间,使LiPF₆分解完全;
 - (3) 向合成釜中加入适量溶剂,再加入一定量的高纯氟化钠于一定温度下搅拌溶解;
 - (4) 将(2)中生成的气体导入合成釜中,在一定条件下流态化反应,得到六氟磷酸钠合成液;
 - (5) 反应完成后,将合成液过滤除去不溶物,得到合成母液;
 - (6) 将合成母液进行降温结晶,过滤;
 - (7) 固体料进行真空干燥即可得到六氟磷酸钠成品,结晶母液回用于氟化钠溶解。
2. 根据权利要求1所述的一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,其特征在于:步骤(1)所述裂解反应釜包括加热夹套和内筒,内筒为316L材质,内筒带封头密封。
3. 根据权利要求1所述的一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,其特征在于:步骤(2)所述的一定温度为85~190℃,保温时间为4~12h。
4. 根据权利要求1所述的一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,其特征在于:步骤(3)所述溶剂为光伏级氢氟酸或电子级氢氟酸或结晶母液,所述氟化钠纯度为99.98%及以上,硅含量 $\leq 0.00005\%$,硅含量以SiO₂计。
5. 根据权利要求1所述的一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,其特征在于:步骤(3)所述氟化钠的用量为2.5~5g/100g溶剂,所述搅拌溶解温度为10~50℃,溶解压力为0~30kpa,溶解时间1~2h。
6. 根据权利要求1所述的一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,其特征在于:步骤(4)中所述一定条件为反应温度5~55℃,压力0~80kpa,反应时间为4~10h。
7. 根据权利要求1所述的一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,其特征在于:步骤(6)中降温结晶的降温速度为1℃/h,降温至-30℃,2℃/h,降温至-40℃,保温2~4h。
8. 根据权利要求1所述的一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,其特征在于:步骤(7)中所述真空干燥的温度为60~90℃,真空度为-0.06~-0.1Mpa。
9. 根据权利要求1所述的一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,其特征在于:所述结晶母液可重复用于高纯氟化钠的溶解。

一种高纯六氟磷酸钠的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及钠离子电池技术领域,特别是涉及一种高纯六氟磷酸钠的制备方法。

背景技术

[0002] 钠离子电池是一种二次电池,其依靠钠离子在正极与负极之间来回可逆迁移实现充放电功能。与当前大规模商业化应用的六氟磷酸锂相比,六氟磷酸钠具有以下优势:钠元素在地球上的储量达到地壳含量3%左右,相比较而言锂仅为0.065%;从分布来看,钠元素相对锂元素分布更均匀;钠电池安全性更高,标准电压区间更广。

[0003] 锂资源量紧张,必将成为未来限制六氟磷酸锂发展的重要影响因素,钠离子电池所需钠资源储量丰富和安全性能高。六氟磷酸钠作为电解质材料成为钠离子电池研究的热点,高纯六氟磷酸钠的制备对钠离子电池发展至关重要。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,以得到高纯六氟磷酸钠产品,供钠离子电池使用。所述技术方案如下:

包括以下步骤:(1)将电池级LiPF₆于氮气保护下加入裂解反应釜中;(2)将裂解反应釜加热至一定温度并保温一段时间,使LiPF₆分解完全;(3)向合成釜中加入适量溶剂,再加入一定量的高纯氟化钠于一定温度下搅拌溶解;(4)将(2)中生成的气体导入合成釜中,在一定条件下流态化反应,得到六氟磷酸钠合成液;(5)反应完成后,将合成液过滤除去不溶物,得到合成母液;(6)将合成母液进行降温结晶,过滤;(7)固体料进行真空干燥即可得到六氟磷酸钠成品,结晶母液回用于氟化钠溶解。

[0005] 进一步地,步骤(1)所述裂解反应釜包括加热夹套和内筒,内筒为316L材质,内筒带封头密封。

[0006] 进一步地,步骤(2)一定温度为85~190℃,保温时间为4~12h。

[0007] 进一步地,步骤(3)所述溶剂为光伏级氢氟酸或电子级氢氟酸或结晶母液,所述氟化钠纯度为99.98%及以上,硅含量≤0.00005%,硅含量以SiO₂计。

[0008] 进一步地,步骤(3)所述氟化钠的用量为2.5~5g/100g溶剂,所述搅拌溶解温度为10~50℃,溶解压力为0~30kpa,溶解时间1~2h。

[0009] 进一步地,步骤(4)中一定条件为反应温度5~55℃,压力0~80kpa,反应时间为4~10h。

[0010] 进一步地,步骤(6)中降温结晶的降温速度为1℃/h,降温至-30℃,2℃/h,降温至-40℃,保温2~4h。

[0011] 进一步地,步骤(7)中所述真空干燥的温度为60~90℃,真空度为-0.06~-0.1Mpa。

[0012] 进一步地,结晶母液可重复用于高纯氟化钠的溶解。

[0013] 本发明所得产品纯度高,收率高,工艺安全性高,设备简单。

[0014] 综上,本发明提供的技术方案带来的有益效果是:本发明所得产品纯度高,收率

高,工艺安全性高,设备简单。

附图说明

[0015] 图1为本发明制得的六氟磷酸钠的XDR衍射图;
图2为六氟磷酸钠的标准XDR衍射图。

具体实施方式

[0016] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将对本发明作进一步地详细描述。

[0017] 实施例1

一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,具体包括以下步骤:

- (1) 将200g电池级LiPF₆于氮气保护下加入裂解反应釜中;
- (2) 将裂解反应釜加热至85℃并保温3.5h,使LiPF₆分解;
- (3) 向合成釜中加入PV2a级光伏氢氟酸500g,再加入高纯氟化钠55g于25℃搅拌溶解2h;
- (4) 将(2)中生成的气体导入合成釜中,在10℃下流态化反应8h,过滤,得到六氟磷酸钠合成液706g;
- (5) 将合成母液进行降温结晶,降温速度为1℃/h,降温至-30℃,2℃/h,降温至-40℃,保温2h,过滤;
- (6) 将固体料于78℃,-0.065MPa真空干燥得到六氟磷酸钠成品185.2g,产率83.6%;
- (7) 产品检测:纯度99.992%,水分含量15ppm,游离酸55ppm。

[0018] 实施例2

一种高纯六氟磷酸钠的制备方法,具体包括以下步骤:

- (1) 将400g电池级LiPF₆于氮气保护下加入裂解反应釜中;
- (2) 将裂解反应釜加热至185℃并保温2h,使LiPF₆分解;
- (3) 向合成釜中加入EL级电子氢氟酸1000g,再加入高纯氟化钠112g于15℃搅拌溶解3h;
- (4) 将(2)中生成的气体导入合成釜中,在25℃下流态化反应4h,过滤,得到六氟磷酸钠合成液1413g;
- (5) 将合成母液进行降温结晶,降温速度为1℃/h,降温至-30℃,2℃/h,降温至-40℃,保温4h,过滤;
- (6) 将固体料于88℃,-0.095MPa真空干燥得到六氟磷酸钠成品408.3g,产率92.3%;
- 产品检测:纯度99.995%,水分含量13ppm,游离酸52ppm。

[0019] 实施例3

将本发明制得的六氟磷酸钠置于XDR衍射仪下进行分析,制得的谱图见图1,与标准物质(六氟磷酸锂)的X射线谱图(图2)进行对比分析,通过观察衍射峰数目、峰形、角度位置和相对强度,可知:本发明制得的六氟磷酸钠的纯度较标准更高。

[0020] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,对于本领域的普通技术人员而言,可以理解在不脱离本发明的原理和精神的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由所附权利要求及其等同物限定。

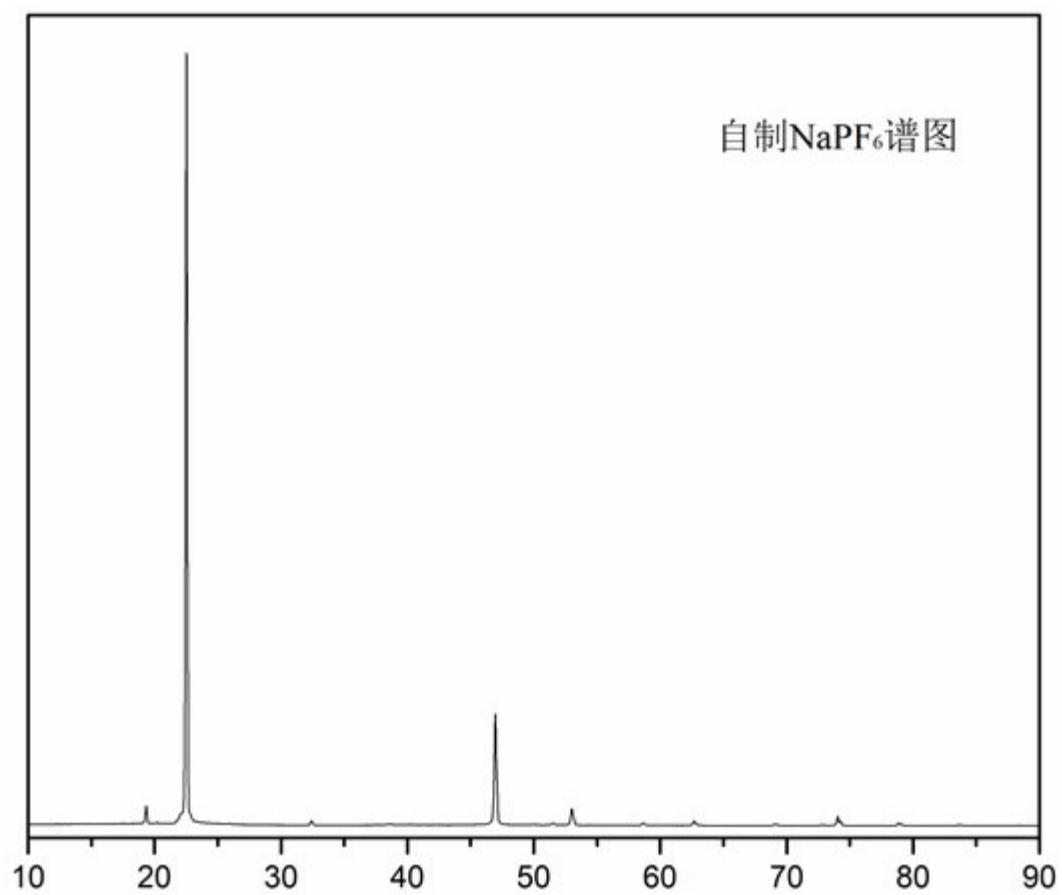


图1

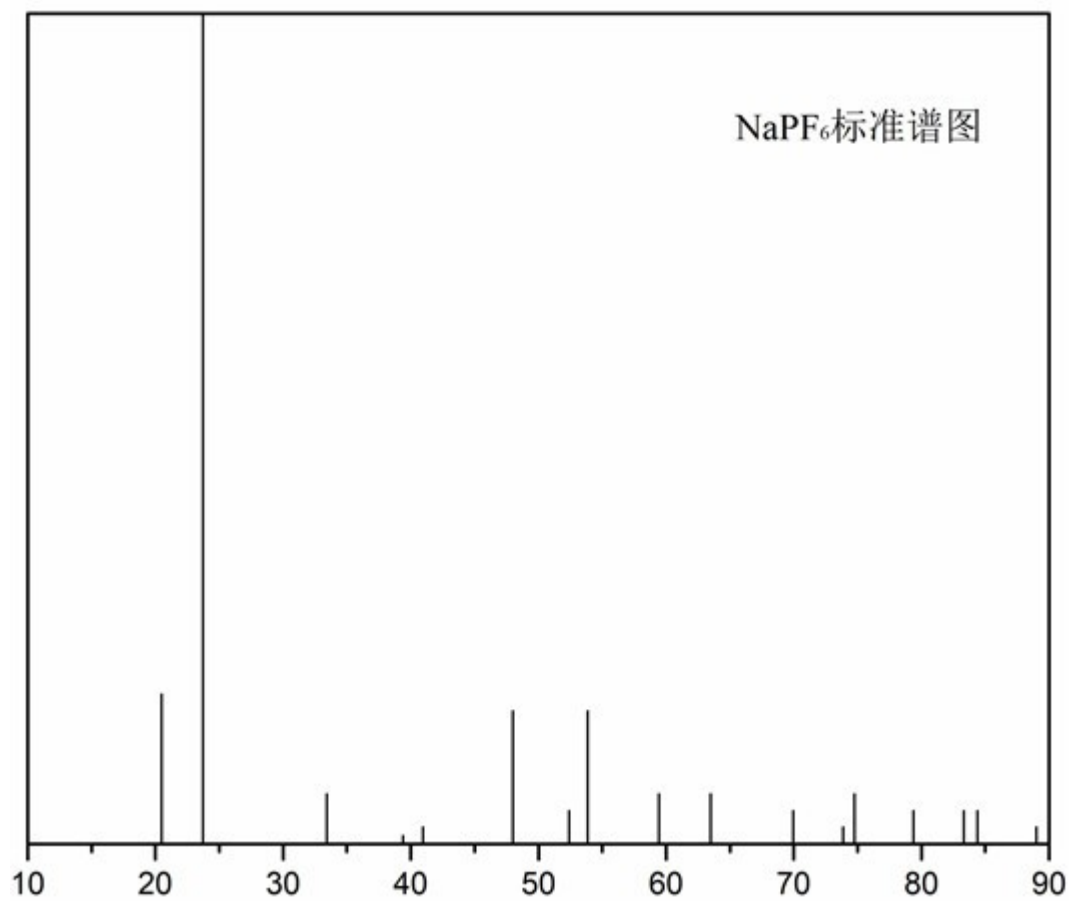


图2