



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103466552 B

(45) 授权公告日 2015. 12. 23

(21) 申请号 201310394910. 8

(22) 申请日 2013. 09. 03

(73) 专利权人 湖南有色金属研究院

地址 410100 湖南省长沙市芙蓉区张公岭亚
大路 99 号

专利权人 中国地质科学院矿产综合利用研
究所

(72) 发明人 陈海清 刘焱 朱昌洛 魏威
冀成庆

(74) 专利代理机构 长沙智嵘专利代理事务所
43211

代理人 黄子平

(51) Int. Cl.

C01B 9/08(2006. 01)

(56) 对比文件

US 4519986 A, 1985. 05. 28, 说明书第 4 栏第
13 行 - 第 7 栏第 28 行, 图 1.

CN 102616745 A, 2012. 08. 01, 权利要求
1-6.

审查员 杨坤

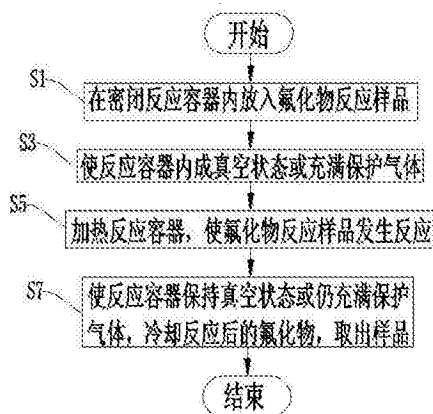
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

制备氟化物的方法及装置

(57) 摘要

本发明提供了一种制备氟化物的方法及装置。该方法包括以下步骤:步骤 S1:在密闭反应容器内放入氟化物反应样品;步骤 S3:使反应容器内成真空状态或将反应容器内充满保护气体;步骤 S5:加热反应容器,使氟化物反应样品发生反应;步骤 S7:使反应容器保持真空状态或反应容器内仍充满保护气体,冷却反应后的氟化物,取出样品。根据本发明,通过将反应容器保持为真空状态或将反应容器内充满保护气体,然后加热反应容器使反应样品发生反应,并在真空状态或保护气氛状态下,取出样品,这样就保证了生成的氟化物的纯度;同时本发明的方法只需要保持反应容器内的真空状态或保护气氛状态即可,操作简单方便。



1. 一种制备氟化物的装置,其特征在于,包括
反应釜(10),用于盛氟化物的反应样品;
连接真空泵和所述反应釜(10)的第一支管(20);
连接第一保护气体气源和所述反应釜(10)的第二支管(30);以及
加热装置,用于对所述反应釜(10)加热;
所述第一支管(20)和所述第二支管(30)均与主管路(40)的第一端连通,所述主管路(40)的第二端与所述反应釜(10)的开口端连通;
所述主管路(40)上设有接头,所述接头包括母接头(44)和子接头(45),所述母接头(44)和所述子接头(45)螺纹连接或卡扣连接;
以使得母接头(44)和子接头(45)可快速地实现断开和连接。
2. 根据权利要求1所述的制备氟化物的装置,其特征在于,
所述反应釜(10)包括一端开口的耐高温的外筒和贴附在外筒内侧壁的耐高温和耐氟化腐蚀的内衬。
3. 根据权利要求1所述的制备氟化物的装置,其特征在于,
所述装置还包括连通所述主管路(40)及第二保护气体气源或空气源的第三支管(50),所述第三支管(50)上设有第三阀门(51)。
4. 根据权利要求1所述的制备氟化物的装置,其特征在于,所述主管路(40)上还设有真空表(43)。
5. 一种采用如权利要求1~4中任一项所述的装置制备氟化物的方法,其特征在于,包括以下步骤:
步骤Sa:将反应样品放置在反应釜内,拧紧所述反应釜与反应釜螺母;
步骤Sb:打开主阀门、第一阀门,开启真空泵,将所述反应釜内抽成真空;当真空表的指针不动时,说明所述反应釜内为真空状态;
步骤Sc:加热装置对所述反应釜加热,使得所述反应样品发生反应,保持所述主阀门、所述第一阀门及所述真空泵为打开状态,所述加热装置对所述反应釜加热,直至氟化反应发生;
步骤Sd:所述反应样品反应结束后,将所述反应釜冷却至室温,关闭所述第一阀门,开启第二阀门,使得所述反应釜内通入第一保护气体;
步骤Sb包括以下洗气步骤:
步骤Sb1:打开所述主阀门、所述第一阀门,开启所述真空泵,将所述反应釜内抽成真空;
步骤Sb2:关闭所述第一阀门和所述真空泵,开启所述第二阀门,使所述反应釜内通入所述第一保护气体;
步骤Sb3:关闭所述第二阀门,开启所述第一阀门和所述真空泵,将所述反应釜内抽成真空;
循环重复步骤Sb2和步骤Sb3三~四次,直至保证将所述反应釜中的空气全部去除,以保证发生氟化反应的反应样品不会受到空气的影响。
6. 根据权利要求5所述的制备氟化物方法,其特征在于,
所述步骤Sc中,氟化物反应样品发生反应的温度为300℃至1000℃。

制备氟化物的方法及装置

技术领域

[0001] 本发明涉及制备氟化物领域,特别地,涉及一种制备氟化物的方法及装置。

背景技术

[0002] 目前,现有技术中氟化物的制取方法主要有:氟化氢气体氟化法、氟化氢铵干式氟化法、湿式氟化法。但现有的制取方法比较复杂,且主要适用于大量氟化物的制备,对于需求量较少的小型试验的要求,无法满足;利用现有装置制备的氟化物容易带来杂质,造成制备的氟化物纯度不高。

发明内容

[0003] 本发明目的在于提供一种制备氟化物的方法及装置,以解决现有技术中制备氟化物的过程复杂且氟化物的纯度不高的技术问题。

[0004] 为实现上述目的,根据本发明的一个方面,提供了一种制备氟化物的方法,包括以下步骤:步骤 S1:在密闭反应容器内放入氟化物反应样品;步骤 S3:使反应容器内成真空状态或将反应容器内充满保护气体;步骤 S5:加热反应容器,使氟化物反应样品发生反应;步骤 S7:使反应容器保持真空状态或反应容器内仍充满保护气体,冷却反应后的氟化物,取出样品。

[0005] 进一步地,步骤 S3 具体包括以下步骤:步骤 S31:抽走反应容器内的空气;步骤 S33:往反应容器内通入保护气体;步骤 S35:抽走反应容器内的保护气体;以及步骤 S37:重复步骤 S33 和步骤 S35,直至反应容器成真空状态或反应容器内充满保护气体。

[0006] 进一步地,在步骤 S35 之后还包括步骤 S36:检测反应容器内的真空度。

[0007] 进一步地,步骤 S5 中,氟化物反应样品发生反应的温度为 300℃ 至 1000℃。

[0008] 本发明的另一方面,还提供了一种制备氟化物的装置,包括反应釜,用于盛氟化物的反应样品;连接真空泵和反应釜的第一支管;连接第一保护气体气源和反应釜的第二支管;以及加热装置,用于对反应釜加热。

[0009] 进一步地,反应釜包括一端开口的耐高温的外筒和贴附在外筒内侧壁的耐高温和耐氟化腐蚀的内衬。

[0010] 进一步地,第一支管和第二支管均与主管路的第一端连通,主管路的第二端与反应釜的开口端连通。

[0011] 进一步地,主管路上设有接头,接头包括母接头和子接头,母接头和子接头螺纹连接或卡扣连接。

[0012] 进一步地,装置还包括连通主管路及第二保护气体气源或空气源的第三支管,第三支管上设有第三阀门。

[0013] 进一步地,主管路上还设有真空表。

[0014] 本发明具有以下有益效果:

[0015] 根据本发明的方法,通过将反应容器保持为真空状态或将反应容器内充满保护气

体,然后加热反应容器使反应样品发生反应,并冷却后在真空或保护气氛状态下,取出样品,这样就保证了生成的氟化物的纯度;同时本发明的方法只需要保持反应容器内的真空状态或保护气氛状态即可,操作简单方便;

[0016] 根据本发明的制备氟化物的装置,本发明能够为反应釜提供保护气体或者真空环境,有利于提高所制得的氟化物的纯度;且本发明的装置结构简单、制作和制造成本低,有利于少量高纯氟化物的制备。

[0017] 除了上面所描述的目的、特征和优点之外,本发明还有其它的目的、特征和优点。下面将参照图,对本发明作进一步详细的说明。

附图说明

[0018] 构成本申请的一部分的附图用来提供对本发明的进一步理解,本发明的示意性实施例及其说明用于解释本发明,并不构成对本发明的不当限定。在附图中:

[0019] 图1是本发明优选实施例的制备氟化物的方法的流程图;

[0020] 图2是本发明优选实施例的制备氟化物的装置的结构示意图;

[0021] 图3是本发明优选实施例的制备氟化物的装置的反应釜10的结构示意图;以及

[0022] 图4是本发明优选实施例的制备氟化物的装置的反应釜螺母42、主管路40及母接头44的连接结构示意图。

[0023] 10、反应釜;20、第一支管;21、第一阀门;30、第二支管;31、第二阀门;40、主管路;41、主阀门;42、反应釜螺母;43、真空表;44、母接头;45、子接头;50、第三支管;51、第三阀门。

具体实施方式

[0024] 以下结合附图对本发明的实施例进行详细说明,但是本发明可以由权利要求限定和覆盖的多种不同方式实施。

[0025] 参见图1,本发明的优选实施例提供了一种制备氟化物的方法,包括以下步骤:步骤S1:在密闭反应容器内放入氟化物反应样品;步骤S3:使反应容器内成真空状态或将反应容器内充满保护气体;步骤S5:加热反应容器,使氟化物反应样品发生反应;步骤S7:反应容器保持真空状态或反应容器内仍充满保护气体,冷却反应后的氟化物,取出样品。根据本发明的方法,通过将反应容器保持为真空状态或将反应容器内充满保护气体,然后加热反应容器使反应样品发生反应,并在真空状态或保护气氛状态下,取出样品,这样就保证了生成的氟化物的纯度;同时本发明的方法只需要保持反应容器内的真空状态或保护气氛状态即可,操作简单方便。

[0026] 制备氟化物的方法具体包括:

[0027] 步骤S1:在密闭反应容器内放入氟化物反应样品;

[0028] 氟化物反应样品为氧化铈与氟化氢铵,氧化铈与氟化氢铵按设定的摩尔比进行称重取样。在本实施方式中,反应容器的内侧壁应采用在高温条件下耐氟化的材料,以保证在高温下生成的氟化物不会腐蚀反应容器内壁而影响氟化物的纯度。

[0029] 步骤S3:使反应容器内保持真空状态或反应容器内充满保护气体;

[0030] 为了使得反应容器内空气百分含量尽可能降低,以保证反应后的氟化物不会被空

气的氧气氧化,避免降低氟化物的纯度。在本实施方式中,步骤 S3 具体包括:

[0031] 步骤 S31:抽走反应容器内的空气;

[0032] 在本实施方式中,可通过真空泵将反应容器内的空气抽走;

[0033] 步骤 S33:往反应容器内通入保护气体;

[0034] 步骤 S35:抽走反应容器内的保护气体;以及

[0035] 步骤 S37:重复步骤 S33 和步骤 S35,直至反应容器成真空状态或反应容器内充满保护气体。

[0036] 优选地,在步骤 S35 之后还包括步骤 S36:检测反应容器内的真空度。根据检测到的反应容器内的真空度,可以确定反应容器是否存在漏气问题。一般地,重复步骤 S33 和步骤 S35 三至四次,即可满足要求。

[0037] 步骤 S5:加热反应容器,使氟化物反应样品发生反应;

[0038] 保持上述步骤 S3 的状态,将反应容器加热到 300℃至 1000℃,氟化物反应样品在该温度下发生反应。

[0039] 步骤 S7:反应容器保持真空状态或反应容器内仍充满保护气体,冷却反应后的氟化物,取出样品。

[0040] 保持上述步骤 S3 的状态不变,将反应完成后的氟化物逐渐冷却,快速的取出氟化物进行分析。此时的氟化物由于在真空状态或者保护气氛的状态下生成的,且氟化物的冷却过程也一致处于真空或者保护气氛的状态下,因此,制得的氟化物的纯度相对较高。

[0041] 请参见图 2,本发明还提供了一种制备氟化物的装置,包括反应釜 10,用于盛氟化物的反应样品;连接真空泵和反应釜 10 的第一支管 20;连接第一保护气体气源和反应釜 10 的第二支管 30;以及加热装置,用于对反应釜 10 加热。根据本发明的制备氟化物的装置,本发明能够为反应釜 10 提供保护气体或者真空环境,有利于提高所制得的氟化物的纯度;且本发明的装置结构简单、制作和制造成本低,有利于少量氟化物的制备。

[0042] 请结合参见图 3,具体地,反应釜 10 包括一端开口的外筒和贴附在外筒内侧壁的内衬;外筒由耐高温的材料制备,如不锈钢材料等;内衬由耐氟化的材料制备,内衬能够使得反应釜 10 在高温的环境下,不被氟化腐蚀,以提高反应釜 10 的使用寿命;优选地,内衬由高纯镍片制成,高纯镍片在高温下耐氟化腐蚀,容易加工且易更换。反应釜 10 外筒的开口端的外圆周设有螺纹,以与主管路 40 连接。

[0043] 请结合参见图 4,具体地,主管路 40 的第一端与第一支管 20 和第二支管 30 连通,主管路 40 的第二端设有反应釜螺母 42,反应釜 10 外筒的开口端套设在反应釜螺母 42 内,通过反应釜 10 与反应釜螺母 42 的螺纹连接,方便反应釜 10 与反应釜螺母 42 的快速安装和拆卸。在其他的实施方式中,反应釜 10 还可以通过卡扣等方式与主管路 40 连接。主管路 40 上设有主阀门 41,以控制主管路 40 上的气体的通断。优选地,主管路 40 上还设有真空表 43,真空表 43 设置在反应釜 10 与主阀门 41 之间,以检测反应釜 10 和主管路 40 上的真空度。主管路 40 上还设有接头,接头将主管路 40 分成断开的两部分,接头包括相互连接的母接头 44 和子接头 45,母接头 44 与反应釜螺母 42 端连接,子接头 45 与各支管连接。母接头 44 和子接头 45 断开后,可保证母接头 44 处于封闭状态,而子接头 45 是畅通的,以保证反应釜内 10 内的保护气氛,同时方便取样;而母接头 44 和子接头 45 连接后,母接头 44 与子接头 45 马上保持畅通,即主管路 40 为畅通状态。优选地,母接头 44 和子接头 45 为螺

纹连接或卡扣连接,以使得母接头 44 和子接头 45 可快速地实现断开和连接。

[0044] 第一支管 20 的一端与主管路 40 相通,另一端与真空泵相通;第一支管 20 上设有控制第一支管 20 上气体流通的第一阀门 21。当打开第一阀门 21,起动真空泵,即可将主管路 40 和反应釜 10 内的气体抽走,使得主管路 40 和反应釜 10 内呈真空状态。第二支管 30 的一端与主管路 40 相通,另一端与第一保护气体相通;第二支管 30 上设有控制第一支管 20 上气体流通的第二阀门 31,打开第二阀门 31,即可使得第一保护气体进入到第二支管 30 内。在本实施方式中,还包括连通主管路 40 及第二保护气体或空气源的第三支管 50,第三支管 50 上设有控制第三支管 50 的气体流通的第三阀门 51。当反应釜 10 内为真空或大于一个大气压状态下,打开第三阀门 51,使得主管路 40 和第三支管 50 吸气或放气,可使得反应釜 10 内外的压强相等。

[0045] 加热装置可为管热炉或其他的加热设备。

[0046] 本发明的制备氟化物的装置的使用过程为:

[0047] 步骤 Sa:将反应样品放置在反应釜 10 内,拧紧反应釜 10 与反应釜螺母 42;

[0048] 步骤 Sb:打开主阀门 41、第一阀门 21,开启真空泵,将反应釜 10 内抽成真空;当真空表 43 的指针不动时,说明反应釜 10 内为真空状态。

[0049] 具体地,步骤 Sb 包括以下洗气步骤:

[0050] 步骤 Sb1:打开主阀门 41、第一阀门 21,开启真空泵,将反应釜 10 内抽成真空;

[0051] 步骤 Sb2:关闭第一阀门 21 和真空泵,开启第二阀门 31,使反应釜 10 内通入第一保护气体;

[0052] 步骤 Sb3:关闭第二阀门 31,开启第一阀门 21 和真空泵,将反应釜 10 内抽成真空;

[0053] 循环重复步骤 Sb2 和步骤 Sb3 三~四次,直至保证将反应釜 10 中的空气全部去除,以保证在高温状态下,发生氟化反应的反应样品不会受到空气的影响。

[0054] 步骤 Sc:加热装置对反应釜 10 加热,使得反应样品发生反应;

[0055] 保持主阀门 41、第一阀门 21 及真空泵为打开状态,可加热装置对反应釜 10 加热,直至高温使得氟化反应发生。

[0056] 步骤 Sd:反应样品反应结束后,将反应釜 10 冷却至室温,关闭第一阀门 21,开启第二阀门 31,使得反应釜 10 内通入第一保护气体。

[0057] 待反应样品反应结束后,将反应釜 10 冷却至室温,通入保护气体使得氟化物被保护气体保护,不受空气污染,所得氟化物即可进行取样分析。

[0058] 该装置在整个使用过程中,第三阀门 51 起辅助作用,在必要时打开第三阀门 51 充入另外一种保护气体或反应气体。另外,当反应釜 10 和主管路 40 处于真空状态时或者反应釜 10 和主管路 40 内保护气氛的压强高于外部气压时,可以打开第三阀门 51,以便内外压强一致,以确保母接头 44 和子接头 45 能顺利分开。

[0059] 以上所述仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,对于本领域的技术人员来说,本发明可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

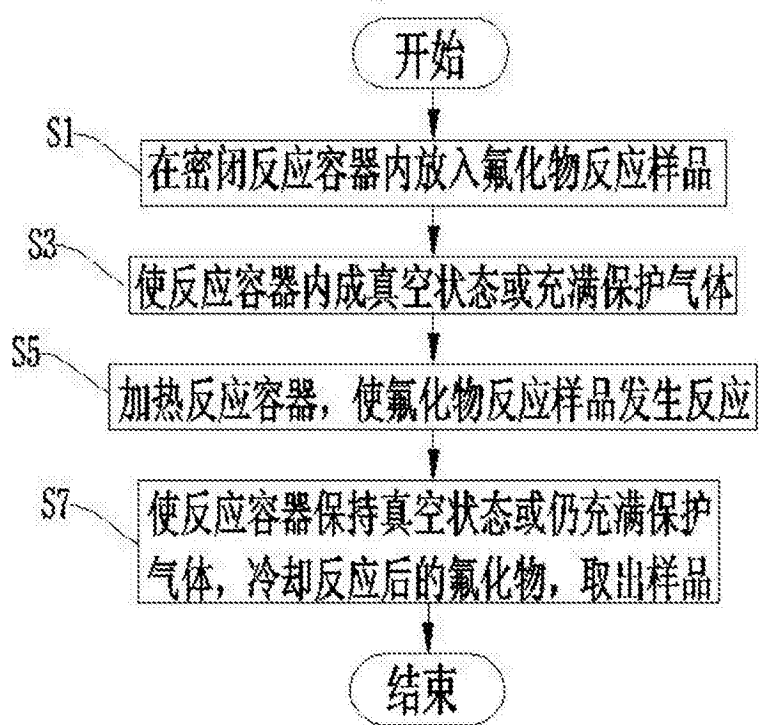


图 1

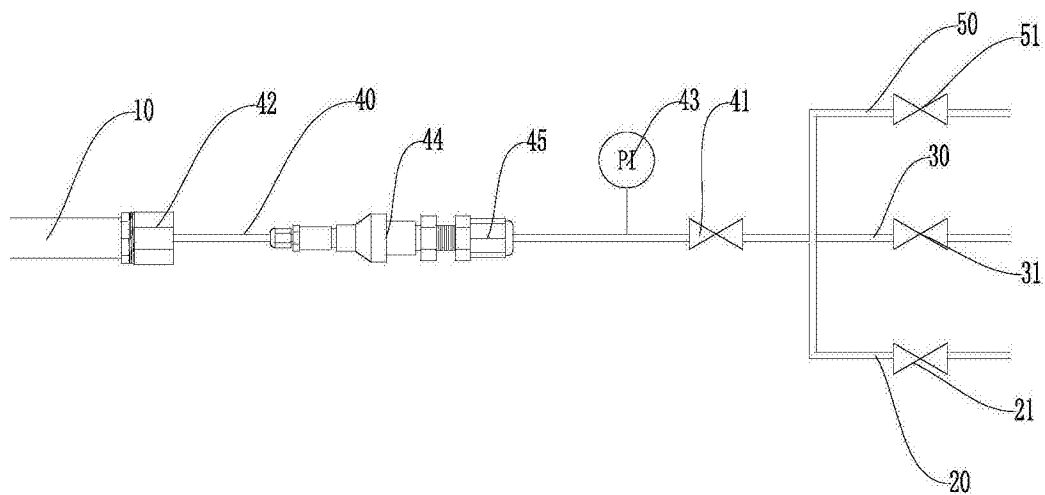


图 2

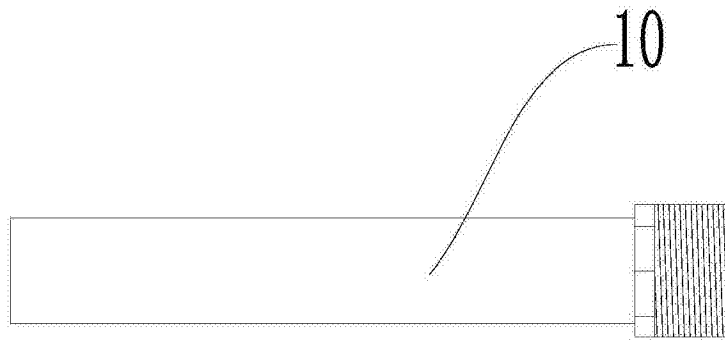


图 3

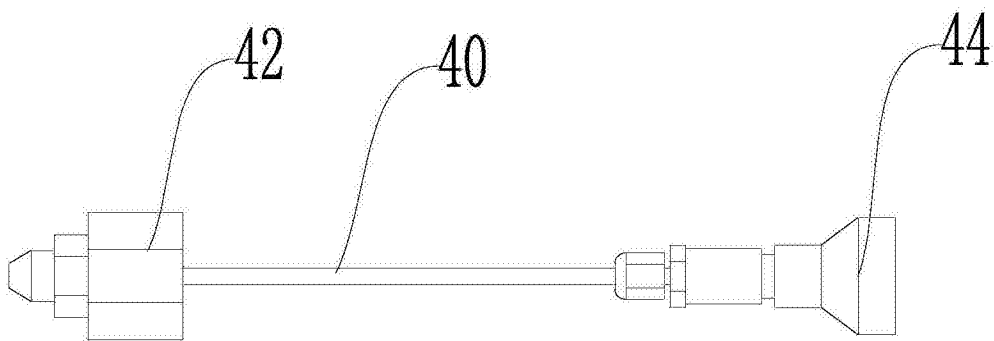


图 4