



(12) 发明专利申请审定说明书

(21) 申请号 86102633

[51] Int.Cl⁴

C22B 26/12

(44) 审定公告日 1989年5月3日

(22) 申请日 86.4.15

(30) 优先权

(32) 85.4.24 (33) FR (31) 8506606

(71) 申请人 特种金属有限公司

地址 法国巴黎92087

(72) 发明人 罗米尤·雷蒙德

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利

代理部

C22B 9/04

代理人 罗英铭 陈季壮

说明书页数:

附图页数:

(54) 发明名称 提纯锂的工艺过程和设备

(57) 摘要

本发明涉及的是提纯锂的工艺过程和设备。工艺过程的特征是, 搅拌在惰性气体中已熔解的要提纯的锂浴。温度为400~700℃, 压力低于10帕的条件下选择性地蒸发杂质, 并在低于100℃温度下冷凝。设备由封闭壳体组成, 包括: 加热了的上部(1), 其中有一容器(9), 在容器中搅拌熔解的锂(11), 而杂质从容器中蒸发出来; 冷却的下部由冷凝表面(17)和为产生抽空作用的管道(16)组成。该发明用于提纯锂, 特别是除去锂中钠和钾, 特别适用于提纯航空目的生产铝合金所用的锂。

权 利 要 求 书

1. 制取高纯度锂的方法，其中待提纯锂浴在容器(9)中，于400~700℃和低于10帕的压力下，在惰性气氛中熔化，其特征是，搅拌该浴，仅蒸出浴中杂质，让其在低于100℃温度下冷凝，回收容器中提纯后的锂。

2. 权利要求1所述的方法，其特征在于用机械法搅拌浴液。

3. 权利要求1所述的方法，其特征在于用磁法搅拌浴液。

4. 权利要求1所述的方法，其特征在于所说的温度在530~570℃之间。

5. 权利要求1所述的方法，其特征在于压力在 $1 \cdot 10^{-1} \sim 1 \cdot 10^{-3}$ 帕之间。

6. 权利要求1所述的方法，其特征在于冷凝温度低于50℃。

7. 实现权利要求1所述方法的设备，其特征在于该设备是用与周围空气隔绝的金属壳体构成的，其构造是：

上部(1)装有加热器(2)，搅拌器(3)，供锂装置(4)和排锂装置(5)，测量液面装置(6)和测量温度装置(7)，上部的内部装有容器(9)，该容器中有锂对外壳的蒸发表面(12)；

下部(13)由热交换器(14)，排空阀(15)和连到泵类装置的管道(16)组成，其内装有起冷凝作用的旋转曲面(17)，其表面积最少等于上述蒸发表面(12)且沿其整个外缘而且至少是在其高度的一部分对外壳的内壁密封固定，旋转曲面内部用管道连到外壳的上部。

提纯锂的工艺过程和设备

本发明涉及的是提纯锂的工艺过程和设备，特别是含有钠和钾的锂的提纯。

众所周知，锂是一种令人感兴趣的材料，尤其是在航空工业中，当锂与铝组成合金时，锂使合金能够制造重量轻的大型板材和构件，并改善传统合金的某些机械性能。

然而，用于上述目的的锂必须有适当的纯度，特别是锂中的碱金属如钠和钾的含量必须非常低，因为这些元素使铝合金的机械性能下降。

目前，用化学法或电化学法生产的锂常常含有由原料带来的钠，也含有钾，尤其是锂是用电化学方法生产的时候。因为这种工艺流程在大多数情况下，免不了采用含氯化钾的金属盐电解槽，其组分经电解后部分分解，使得钾与锂同时沉积。

因此可以发现，锂与铝制成合金之前，必须进行从锂中除去这些元素的工艺过程。

从《无机化学》论文 (the treatise on Mineral chemistry by pascal, Volume II, 1st section, 1966 edition, Page 25) 中可以知道，有可能在约 700°C 温度下用蒸馏氢化物的方法提纯锂以除去其中的钾，或者在约 $400-450^{\circ}\text{C}$, $1 \cdot 10^{-3}$ 帕 (pascal) 的很低压力下蒸馏锂同时减少钠和钾的比例。

然而，这些工艺过程需要锂完全蒸发，因而引起热能大量消耗。此

外，因为这些金属的分离系数很低，如果要达到适当的提纯程度，蒸馏过程必须进行得非常缓慢。即使在这种生产率很低的情况下，其结果仍不能避免由于污染和挥发使锂显著损失

此外，液态锂滴流在蒸发塔壁上引起一般是由不锈钢制成的设备严重腐蚀，因此，在生产的金属中产生了潜在的污染。

由于上述原因，申请者已注意到这些缺点，他们寻求和发明了非常快速的，可以使污染降低，并且比以前的工艺过程更经济的工艺过程，以及实现所述工艺过程的设备。

本发明的工艺过程的特征是搅拌在惰性气体中熔化了的要提纯的锂组成的浴槽，选择地在温度为 $400-700^{\circ}\text{C}$ 之间，压力低于 10 帕下蒸发杂质，并在低于 100°C 温度下冷凝。

为了防止氧化，要提纯的锂在避免与空气接触的条件下熔化以后，工艺过程还包括：使按这种方法组成的浴槽经受搅动，以便总能更新容器中的初始投入的锂的自由表面。搅拌作用可由任何如搅拌器之类的机械设备或如通有交流电的电磁线圈那样的电器设备来完成，交变电流与它产生的磁场相互作用，在浴槽中感应出电动力，产生了引起搅拌作用的拉普拉斯(Laplace)力。同时，由于浴槽被搅拌，金属保持在 $400-700^{\circ}\text{C}$ 之间，浴槽自由表面处的压力降低到低于 10 帕，这样就在该点产生了蒸发作用。

用布置在槽端以避免锂对其产生腐蚀作用的加热设备使温度保持在特定值。至于降低压力，可由任何适当的泵类设备完成，例如叶片泵与扩散泵的组合。

采用的温度范围所根据的因素是，较高的温度会增加锂的损失，而较低的温度降低了蒸发的速度，在上述温度范围内，为了保证足够的蒸发，必须维持低于 10 帕的压力。因此，最适于实现工艺过程的这些条件所对应的温度为 $530-570^{\circ}\text{C}$ ，压力为 $1 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^{-3}$

帕之间。

在这些条件下进行蒸发，选择性较高，就是说，这样蒸发能有效地除去杂质钠和钾，不会引起锂的大量蒸发，而且其效果是以相当高的速度达到，这样的速度使其有可能达到适当水平的生产效率。依靠本发明的设备的特性，消除了工艺过程带来的腐蚀和污染问题。

该工艺过程还包括允许蒸发出的杂质以液相或固相集中起来的冷凝相。冷凝操作在低于 100°C 下实现，最好低于 50°C 。实际上，为了能够促进蒸发和保持与生产效率的要求相适应的速度，希望在尽可能低的温度下形成冷凝作用。

本发明也包括实现该工艺过程的设备。

该设备的特点在于，它包含一个与周围的空气相隔绝的金属外壳，其结构是：

—设有加热、搅拌，锂供给和排出以及测量液面与温度的装置的上部部分；它的内部装有一个容器，容器中的锂相对于外壳保持一个蒸发表面；

—装有传热装置，抽空阀和连到泵类设备的管道的下部部分；它的内部装配一个用于冷凝操作并沿其整个外缘而且至少是在其高度的一部分对外壳的内壁固封的旋转曲面，旋转曲面的内部用管道连到外壳的上部。

在该装置中，冷凝表面至少等于蒸发表面，以便在提炼操作中使该工艺过程保持充分的效率。

这样的装置可由辅图来帮助描述，它表示特定装置的纵剖视图。

图中所示是一个与周围空气隔绝的圆柱——圆锥形钢制外壳，并由下列部分组成：

筒状上部1由电阻器2加热，并装有搅拌机构；在这个装置中搅拌机构由通了交流电的线圈3组成；锂供给装置4，排出装置5，测量锂液面

的探头6，装有热电偶的盲孔7，引入惰性气体的连接管8；该部分内部装配的是不锈钢（Ns MC）容器9，该容器内层涂复纯铁，由支撑10从外壳顶罩悬置，并包含具有蒸发表面12的锂浴11；锥形底部13，具有其内部可使热交换流体循环的双层壳体14，为排出杂质在13的底部装有阀门15，横侧面部分带有连到泵类设备（图中未画出）的管道16；该部分内部装配旋转曲面17，目的是产生冷凝作用，并沿环18围绕其整个外缘封固到外壳的内壁上，用管道连到外壳的上部。为了安装控制冷凝温度的热电偶，护套19固定到该曲面上。

该设备的工作方式如下：

从管8将氩气流引到壳体内清除壳内空气，氩气通过抽空设备排净；未提纯的锂经供给装置引到容器中，用探头跟踪液面，用电阻器加热到由装在管7中热电偶调节的适当温度。外壳内由泵类机构的工作保持适当的压力，同时下面部分由冷流体在双层壳体中流动冷却，这样就使冷凝面的温度保持在由装在19中的热电偶控制的合乎要求的范围内。

然后，搅拌器开始工作。杂质从金属浴的蒸发表面逸出，蒸气在冷凝面冷凝。

根据锂量经一段时间搅拌以后，其组分和提纯程度合乎要求了，搅拌器和泵即停止工作；提纯过的锂被抽出，杂质经阀15排出。

为了使得排放过程能够完成，热交换流体具有的温度能足以熔解冷凝了的杂质，最好是100—200℃。

本发明可由下列应用实例说明：

含有按重量计为200 PPM钠和100 PPM钾的10 Kg 锂于550℃， 1.1×10^{-2} 帕压力下在冷凝面积等于2倍蒸发面积的设备中处理6小时。冷凝面的温度为100℃，结果回收了含有5 PPM钠和2 PPM钾的锂9.95公斤。

上述数字说明应用本发明工艺过程的效果，该工艺特别适用于提纯用于航空目的生产铝合金的锂。

