



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112079367 A

(43) 申请公布日 2020.12.15

(21) 申请号 202010798348.5

(22) 申请日 2020.08.11

(71) 申请人 江苏新泰材料科技有限公司

地址 215500 江苏省苏州市常熟高科技氟  
化学工业园(海虞镇福山)

(72) 发明人 王开涛 刘毓斌 姚强

(74) 专利代理机构 苏州市小巨人知识产权代理  
事务所(普通合伙) 32415

代理人 胡亚兰

(51) Int. Cl.

C01D 15/00 (2006.01)

C01B 7/03 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种六氟磷酸锂的高效合成工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种六氟磷酸锂的高效合成工艺,采用液体氟化氢与五氯化磷反应得到包括五氟化磷、氟化氢和氯化氢的混合气体,对该混合气体通过加压冷凝罐进行加压冷却后得到分离的液相和可回收制备工业盐酸的气相,其中,液相包括液相五氟化磷和氟化氢,用于与液相氟化锂进行合成反应,制备得到高纯度的六氟磷酸锂,同时该合成反应产生的尾气用于氟化氢气体回收;本发明提高了六氟磷酸锂的合成效率,同时有效降低了单耗。

1. 一种六氟磷酸锂的高效合成工艺,其特征在於,采用液体氟化氢与五氯化磷反应得到包括五氟化磷、氟化氢和氯化氢的混合气体,对该混合气体通过加压冷凝罐进行加压冷却后得到分离的液相和可回收制备工业盐酸的气相,其中,所述液相包括液相五氟化磷和氟化氢,用于与液相氟化锂进行合成反应,制备得到高纯度的六氟磷酸锂,同时该合成反应产生的尾气用于氟化氢气体回收。

2. 根据权利要求1所述的六氟磷酸锂的高效合成工艺,其特征在於,所述合成反应产生的尾气逆循环通入所述加压冷凝罐中,用于进一步回收尾气中未完全反应的五氟化磷和氟化氢气体。

3. 根据权利要求1或2所述的六氟磷酸锂的高效合成工艺,其特征在於,所述合成反应产生的尾气排入吸收反应釜,通过吸收反应釜进一步吸收尾气中的五氟化磷。

4. 根据权利要求1所述的六氟磷酸锂的高效合成工艺,其特征在於,在氟化氢气体回收前,预先通过冷凝器冷却回收得到液体氟化氢。

5. 根据权利要求1或2或4所述的六氟磷酸锂的高效合成工艺,其特征在於,所述液体氟化氢采用气体氟化氢通过蒸发发生罐进行加热蒸发,然后通过冷凝器进行低温冷凝处理后得到。

6. 根据权利要求1所述的六氟磷酸锂的高效合成工艺,其特征在於,所述液体氟化氢通过滴加方式添加到装有五氯化磷的反应罐中进行反应。

7. 根据权利要求1所述的六氟磷酸锂的高效合成工艺,其特征在於,所述加压冷凝罐包括设有冷凝器的压缩机;其中,至少包括两级串接的第一级压缩机和第二级压缩机,各级压缩机内设有冷凝器,通过多级压缩冷却用于控制反应物的单耗,充分利用中间产物。

8. 根据权利要求1所述的六氟磷酸锂的高效合成工艺,其特征在於,所述加压冷却的压力范围控制在0-3Mpa,温度范围控制在0-19℃。

9. 根据权利要求1所述的六氟磷酸锂的高效合成工艺,其特征在於,所述液相五氟化磷和氟化氢与液相氟化锂在合成反应釜中进行合成反应,其中,所述合成反应过程采用高压液体真空吸气高效混合的方式进行,并在气体入口加装缓冲气包,所述缓冲气包与合成反应釜的出气管连接。

10. 根据权利要求1所述的六氟磷酸锂的高效合成工艺,其特征在於,所述气相通过水吸收回用制备成工业盐酸制品。

## 一种六氟磷酸锂的高效合成工艺

### 技术领域

[0001] 本发明属于六氟磷酸锂的合成工艺,具体涉及一种六氟磷酸锂的高效合成工艺。

### 背景技术

[0002] 目前的六氟磷酸锂生产过程主要步骤如下:氟化氢气体与五氯化磷固体进行反应后的混合气体,通过五氟化磷进气管插入氟化锂-无水氟化氢母液液相使物料混合并进行反应。此方式存在缺点:1) 氟化氢气体与五氯化磷固体反应过程中会造成大量氟化氢气体跟随五氟化磷气体排出;2) 合成反应釜中气液固多相反应效率有限,气体通过插入管直接插入液相,若插入过深,在反应后期会造成插入管堵塞,反应进气管中产生高压的情况;若插入过浅,五氟化磷气体会在未完全反应前即离开液相进入尾气系统,造成原料的过量消耗,增加尾气系统的处理压力,生产成本增高,三废排放增加,不利于环保;即使在插入深度适当的情况下,气液固多相反应效率有限;3) 单独合成反应釜反应效果欠佳,原料使用率较低,合成反应釜中气液反应时造成大量氟化氢挥发进入尾气系统中。

[0003] 为此,本申请人希望寻求技术方案对以上技术问题进行改进。

### 发明内容

[0004] 本发明提出一种六氟磷酸锂的高效合成工艺,提高六氟磷酸锂的合成效率,同时有效降低单耗。

[0005] 本发明采用的技术方案如下:

[0006] 一种六氟磷酸锂的高效合成工艺,采用液体氟化氢与五氯化磷反应得到包括五氟化磷、氟化氢和氯化氢的混合气体,对该混合气体通过加压冷凝罐进行加压冷却后得到分离的液相和可回收制备工业盐酸的气相,其中,所述液相包括液相五氟化磷和氟化氢,用于与液相氟化锂进行合成反应,制备得到高纯度的六氟磷酸锂,同时该合成反应产生的尾气用于氟化氢气体回收。

[0007] 优选地,所述合成反应产生的尾气逆循环通入所述加压冷凝罐中,用于进一步回收尾气中未完全反应的五氟化磷和氟化氢气体。

[0008] 优选地,所述合成反应产生的尾气排入吸收反应釜,通过吸收反应釜进一步吸收尾气中的五氟化磷。

[0009] 优选地,在氟化氢气体回收前,预先通过冷凝器冷却回收得到液体氟化氢。

[0010] 优选地,所述液体氟化氢采用气体氟化氢通过蒸发发生罐进行加热蒸发,然后通过冷凝器进行低温冷凝处理后得到。

[0011] 优选地,所述液体氟化氢通过滴加方式添加到装有五氯化磷的反应罐中进行反应。

[0012] 优选地,所述加压冷凝罐包括设有冷凝器的压缩机;其中,至少包括两级串接的第一级压缩机和第二级压缩机,各级压缩机内设有冷凝器,通过多级压缩冷却用于控制反应物的单耗,充分利用中间产物。

[0013] 优选地,所述加压冷却的压力范围控制在0-3Mpa,温度范围控制在 0-19℃。

[0014] 优选地,所述液相五氟化磷和氟化氢与液相氟化锂在合成反应釜中进行合成反应,其中,所述合成反应过程采用高压液体真空吸气高效混合的方式进行,并在气体入口加装缓冲气包,所述缓冲气包与合成反应釜的出气管连接。

[0015] 优选地,所述气相通过水吸收回用制备成工业盐酸制品。

[0016] 本发明具有如下积极技术效果:

[0017] 1、本发明解决了现有技术中五氟化磷、氯化氢混合气体中混有大量未反应的氟化氢气体一起进入合成反应釜中并最终进入尾气系统的问题;本发明通过对混合气体进行加压冷却处理,分离得到液相五氟化磷和氟化氢的同时可除去氯化氢气体,可有效节省原料,而且混合气体通过加压冷却后可降低气体过滤器滤芯的损耗率。

[0018] 2、本发明解决了五氟化磷反应不完全、原料过量损耗的问题,可减少尾气排放,既降低生产成本,又减少三废的排放,利于环保;本发明还进一步优选提出在合成反应釜的气体入口处加装缓冲气包,同时缓冲气包与合成反应釜出气管连接,避免在特殊情况,高压液体管道堵塞时母液由五氟化磷进气管倒流,引起大量五氟化磷与氟化氢剧烈反应产生高温高压的情况。

[0019] 3、本发明解决了五氟化磷反应效率低的问题,可有效降低五氟化磷的单耗;本发明还进一步优选提出针对合成反应釜采用高压液体真空吸气高效混合的方式进料,会使得合成反应釜中气液固三相反应转变为液固两相反应,有效吸收液相五氟化磷。

[0020] 4、本发明解决了合成反应过程中带出大量氟化氢和五氟化磷气体进入尾气系统的问题;有效回收氟化氢并继续通入合成反应釜进行回收利用。

### 具体实施方式

[0021] 本发明实施例公开了一种六氟磷酸锂的高效合成工艺,采用液体氟化氢与五氟化磷反应得到包括五氟化磷、氟化氢和氯化氢的混合气体,对该混合气体通过加压冷凝罐进行加压冷却后得到分离的液相和可回收制备工业盐酸的气相,其中,液相包括液相五氟化磷和氟化氢,用于与液相氟化锂进行合成反应,制备得到高纯度的六氟磷酸锂,同时该合成反应产生的尾气用于氟化氢气体回收。

[0022] 六氟磷酸锂的高效合成工艺具体包括如下操作过程:

[0023]

[0024] 1) 通过蒸发发生罐的热水夹套加热液体氟化氢,对液体氟化氢进行加热蒸发,将液体氟化氢转化为气态氟化氢;

[0025] 2) 将步骤1) 所得气态氟化氢通过输送管道输送至低温冷凝器中换热冷凝,将气态氟化氢转化为液体氟化氢;

[0026] 3) 将步骤2) 所得液体氟化氢滴加到装有五氟化磷的反应罐中进行反应;

[0027] 4) 将步骤3) 反应得到包括五氟化磷、氟化氢和氯化氢的混合气体通过加压冷凝罐进行加压冷却后得到分离的液相五氟化磷和氟化氢和氯化氢气体(即为可回收制备工业盐酸的气相),将氯化氢气体通过水吸收回用,剩余液体化合物(即为液相五氟化磷和氟化氢)通入装有已按比例事先配置好的氟化锂无水氟化氢母液的六氟磷酸锂合成反应釜中;在本步骤4) 中,加压冷却的压力范围控制在0-3Mpa,温度范围控制在0-19℃;加压冷凝

罐包括设有冷凝器的压缩机;其中,至少包括两级串接的第一级压缩机和二级压缩机,各级压缩机内设有冷凝器,通过多级压缩冷却用于控制反应物的单耗,充分利用中间产物;进一步优选地,加压冷凝罐采用外保温,循环冷冻盐水;

[0028] 5) 合成反应釜在合成反应过程采用高压液体真空吸气高效混合的方式进行,并在气体入口加装缓冲气包,缓冲气包与合成反应釜出气管连接;

[0029] 6) 将合成反应釜所排出的尾气一路逆循环通入加压冷凝罐中,进一步冷凝回用气体中未完全反应的五氟化磷和氟化氢气体;同时合成反应釜所排出的尾气排入吸收反应釜,使用插入管插入液相,吸收反应釜内的物料与合成反应釜中的物料相同,通过吸收反应釜进一步吸收尾气中的五氟化磷;

[0030] 7) 氯化氢气体通过水吸收回用制备成工业盐酸制品。

[0031] 在以上实施方案基础上,本申请进一步展开了以下实施例和对比例:

[0032] 实施例1:

[0033] 通过热水夹套加热液体氟化氢,将氟化氢气化为气态;将所得气态氟化氢气体通过输送管道输送至低温冷凝器中换热冷凝,将气态氟化氢转化为液态;将所得液态氟化氢滴加到装有五氟化磷的反应罐中进行反应;将反应所得的包括五氟化磷、氟化氢和氯化氢的混合气体通过加压冷凝罐进行加压冷却,冷却的温度控制在0℃,压力控制在4.5MPa,将混合气体中的液相氟化氢和五氟化磷冷凝后送至合成反应釜继续与氟化锂溶液反应,剩余气体通入缓冲气包进入尾气系统中;合成反应釜中的合成反应过程采用高压液体真空高效混合的方式进行,通过控制合成反应釜的液体阀门控制流量,通过控制合成反应釜的进气阀门控制压力;将合成反应釜所排出的尾气逆循环通入加压冷凝罐中,进一步回收混合气体中的五氟化磷和氟化氢;加压冷凝罐所排出的尾气进行水洗吸收制备成工业盐酸制品。

[0034] 经检测,制备得到的六氟磷酸锂的纯度达到99.5%;无水氟化氢的单耗为1.01;五氟化磷的单耗1.62;氟化锂的单耗0.172。

[0035] 实施例2:

[0036] 本实施例2与实施例1生产工艺的区别仅在于:加压冷凝罐冷却的温度控制在10℃,压力控制在4.0MPa。

[0037] 经检测,制备得到的六氟磷酸锂的纯度达到99.7%;无水氟化氢的单耗1.12;五氟化磷的单耗1.71;氟化锂的单耗0.18。

[0038] 实施例3:

[0039] 本实施例3与实施例1生产工艺的区别仅在于:加压冷凝罐冷却的温度控制在10℃,压力控制在3.0MPa。

[0040] 经检测,制备得到的六氟磷酸锂的纯度达到99.5%;无水氟化氢的单耗1.35;五氟化磷的单耗1.76;氟化锂的单耗0.185。

[0041] 对比例1:

[0042] 对比例1与实施例1生产工艺的区别仅在于:不设置加压冷凝罐。

[0043] 经检测,制备的六氟磷酸锂的纯度达到99.8%;无水氟化氢的单耗1.54;五氟化磷的单耗1.88;氟化锂的单耗0.21。

[0044] 对比例2:

[0045] 对比例2与实施例1生产工艺的区别仅在于:设置单级压缩的加压冷凝罐 经检测,制备的六氟磷酸锂的纯度达到99.6%;无水氟化氢的单耗 1.48;五氯化磷的单耗1.81;氟化锂的单耗0.19。

[0046] 对比例3:

[0047] 对比例3与实施例1生产工艺的区别仅在于:未将合成反应釜产生的尾气 逆循环通入加压冷凝罐回用。

[0048] 经检测,制备的六氟磷酸锂的纯度达到99.5%;无水氟化氢的单耗 1.48;五氯化磷的单耗1.70;氟化锂的单耗0.178。

[0049] 通过以上对比实施效果,可以进一步证实:本实施例解决了现有技术中 五氟化磷、氯化氢混合气体中混有大量未反应的氟化氢气体一起进入合成反 应釜中并最终进入尾气系统的问题;本实施例通过对混合气体进行加压冷却 处理,分离得到液相五氟化磷和氟化氢的同时可除去氯化氢气体,可有效节 省原料,而且混合气体通过加压冷却后可降低气体过滤器滤芯的损耗率;本 实施例解决了五氟化磷反应不完全、原料过量损耗的问题,可减少尾气排放, 既降低生产成本,又减少三废的排放,利于环保;在合成反应釜的气体入口 处加装缓冲气包,同时缓冲气包与合成反应釜出气管连接,避免在特殊情况, 高压液体管道堵塞时母液由五氟化磷进气管倒流,引起大量五氯化磷与氟化 氢剧烈反应产生高温高压的情况;解决了五氟化磷反应效率低的问题,可有 效降低五氯化磷的单耗;提出针对合成反应釜采用高压液体真空吸气高效混 合的方式进料,会使得合成反应釜中气液固三相反应转变为液固两相反应, 有效吸收液相五氟化磷;解决了合成反应过程中带出大量氟化氢和五氟化磷 气体进入尾气系统的问题;有效回收氟化氢并继续通入合成反应釜进行回收

[0050] 对于本领域技术人员而言,显然本实施例不限于上述示范性实施例的细 节,而且在不背离本实施例的精神或基本特征的情况下,能够以其他的具体 形式实现本实施例。因此,无论从哪一点来看,均应将实施例看作是示范性 的,而且是非限制性的,本实施例的范围由所附权利要求而不是上述说明限 定,因此旨在将落在权利要求的等同要件的含义和范围内的所有变化囊括在 本实施例内。

[0051] 此外,应当理解,虽然本说明书按照实施方式加以描述,但并非每个实 施方式仅包含一个独立的技术方案,说明书的这种叙述方式仅仅是为清楚起 见,本领域技术人员应当将说明书作为一个整体,各实施例中的技术方案也 可以经适当组合,形成本领域技术人员可以理解的其他实施方式。