



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 215139818 U

(45) 授权公告日 2021.12.14

(21) 申请号 202120642720.3

(22) 申请日 2021.03.30

(73) 专利权人 中国科学院上海有机化学研究所
地址 200032 上海市徐汇区零陵路345号

(72) 发明人 宗国强 肖吉昌 汪少兵 崔振华

(74) 专利代理机构 上海弼兴律师事务所 31283
代理人 王卫彬 邹玲

(51) Int. Cl.

B01J 19/18 (2006.01)

B01J 19/02 (2006.01)

C01D 15/04 (2006.01)

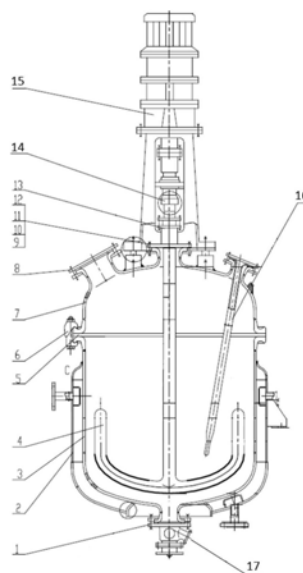
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 实用新型名称

一种氟化反应釜

(57) 摘要

本实用新型提供一种氟化反应釜,其包括釜体和设于釜体上的釜盖;釜盖上设有一通孔,用于使搅拌装置伸入釜体中;釜盖上还设有一向釜体内延伸的热电偶套管,热电偶套管用于使热电偶的测温端伸入釜体内;釜体的内表面上、搅拌装置伸入釜体内的部分的表面上和热电偶套管的表面上均依次附着一镍镀层和一特氟龙涂层,特氟龙涂层,用于直接接触反应物。本实用新型的氟化反应釜的复合涂层具有优异的防腐蚀效果、耐磨性和耐热变性,可延长反应釜使用寿命,并且可有效避免产品污染,提高产品质量和收率;进一步地,该反应釜具有滴加、升温、搅拌和防腐功能,可实现全封闭作业。



1. 一种氟化反应釜,其特征在于,其包括釜体和设于所述釜体上的釜盖;
所述釜盖上设有一通孔,用于使搅拌装置伸入所述釜体中;
所述釜盖上还设有一向所述釜体内延伸的热电偶套管,所述热电偶套管用于使热电偶的测温端伸入所述釜体内;
所述釜体的内表面上、所述搅拌装置伸入所述釜体内的部分的表面上和所述热电偶套管的表面上均依次附着一镍镀层和一特氟龙涂层,所述特氟龙涂层,用于直接接触反应物。
2. 如权利要求1所述的氟化反应釜,其特征在于,所述釜体和所述釜盖通过卡箍连接。
3. 如权利要求1所述的氟化反应釜,其特征在于,所述镍镀层的厚度为15~50 μm 。
4. 如权利要求1所述的氟化反应釜,其特征在于,所述釜体为不锈钢釜体,所述釜盖为不锈钢釜盖。
5. 如权利要求1所述的氟化反应釜,其特征在于,所述特氟龙涂层的厚度为0.5~15mm。
6. 如权利要求1所述的氟化反应釜,其特征在于,所述氟化反应釜的釜体外还套设有一加热夹套;
所述加热夹套的一端与进热媒管出口相连,另一端与排液口相连。
7. 如权利要求1所述的氟化反应釜,其特征在于,所述釜盖上还分别设有加料接口、压力表接口、真空管接口和冷凝器接口。
8. 如权利要求1所述的氟化反应釜,其特征在于,所述釜体和所述釜盖的接触处设有密封圈;
所述密封圈为氟橡胶密封圈。
9. 如权利要求1所述的氟化反应釜,其特征在于,所述釜盖上还设有视镜。
10. 如权利要求1所述的氟化反应釜,其特征在于,所述釜体的底部还设有圆锥状的出料口,所述出料口上设有放料阀;
所述放料阀的内表面涂覆有聚四氟乙烯涂层。

一种氟化反应釜

技术领域

[0001] 本实用新型涉及一种氟化反应釜。

背景技术

[0002] 氟化物熔盐在上世纪中叶即被考虑作为核反应堆的冷却剂,这主要是由于它具有较高的热容、良好的流动性和热导率、很宽的液态工作范围、良好的化学稳定性等出色的热化学性能及材料相容性。这些良好性能的集中表现就是氟盐冷却剂可以在高温、常压下工作,使得氟盐冷却高温堆能入选第四代堆型的重要原因之一。在氟化物熔盐中,氟锂铍熔盐(${}^7\text{LiF}\text{-BeF}_2$)具有优良的物理和化学特性,特别是极低的中子吸收和活化特性,被誉为“中子透明”氟盐,是反应堆一回路冷却剂的首选氟盐。

[0003] ${}^7\text{LiF}\text{-BeF}_2$ 熔盐在被应用于核反应堆时,需要具有非常高的纯度,一些中子吸收截面大的金属杂质以及一些腐蚀性很强的酸根离子在熔盐中的含量都有非常严格的限制。由于 ${}^7\text{LiF}$ 是制备 ${}^7\text{LiF}\text{-BeF}_2$ 熔盐的基础原材料,因此 ${}^7\text{LiF}$ 中杂质的含量的控制与其制备得到的 ${}^7\text{LiF}\text{-BeF}_2$ 熔盐的纯度息息相关。另外,制备熔盐堆用 ${}^7\text{LiF}$ 的原料为 ${}^7\text{LiOH}$, ${}^7\text{LiOH}$ 的价格非常昂贵,生产过程中须参照核材料条例进行衡算和管理,反应产率需要达到很高的水平(大于99.0%),以减少 ${}^7\text{LiOH}$ 的损失(不明损失率低于0.5%)。

[0004] 结合上述要求,可以看出在制备核纯级 ${}^7\text{LiF}$ 的过程中,应尽量避免 ${}^7\text{LiOH}$ 的损失和设备污染。然而,在 ${}^7\text{LiOH}$ 氟化制备核纯 ${}^7\text{LiF}$ 过程中,会用到腐蚀性很强的氢氟酸做氟化剂,高温下产生有毒有害的氟化氢气体,传统的氟化反应釜内壁通常是碳钢材质或喷涂搪瓷,不能抵抗氢氟酸和氟化氢腐蚀,易引入金属杂质。单一喷涂特氟龙涂层,高温下长期使用涂层易脱落,也很难避免涂层磨破后造成设备污染。

[0005] CN208990822U公开了一种具有防腐蚀内衬镍板结构的反应釜,通过在反应釜内胆的内侧安装内衬镍板,达到耐热浓碱、耐脂肪酸腐蚀的效果。但是,单独使用镍板作为防腐材料时,无法满足氢氟酸氟化反应体系的防腐要求,其制备的产品中Ni含量达到1000ppm以上,不能满足熔盐堆对氟盐的指标要求。

[0006] 综上,开发一种适用于制备核纯级的氟盐体系,并且具有优异防腐效果的反反应釜是亟待解决的问题。

实用新型内容

[0007] 本实用新型要解决的技术问题是为了克服现有技术中制备核纯级氟盐体系的反应釜防腐蚀效果差的缺陷,提供了一种氟化反应釜。本实用新型的氟化反应釜可用于核纯级氟盐的生产制备,具有滴加、升温、搅拌、防腐等一体化功能,并且可以实现全封闭作业。

[0008] 本实用新型是通过下述技术方案来解决上述技术问题:

[0009] 本实用新型提供一种氟化反应釜,其包括釜体和设于所述釜体上的釜盖;

[0010] 所述釜盖上设有一通孔,用于使搅拌装置伸入所述釜体中;

[0011] 所述釜盖上还设有一向所述釜体内延伸的热电偶套管,所述热电偶套管用于使热

电偶的测温端伸入所述釜体内；

[0012] 所述釜体的内表面上、所述搅拌装置伸入所述釜体内的部分的表面上和所述热电偶套管的表面上均依次附着一镍镀层和一特氟龙涂层，所述特氟龙涂层，用于直接接触反应物。

[0013] 在本实用新型中，较佳地，所述釜体和所述釜盖通过卡箍连接。

[0014] 在本实用新型中，所述釜体和所述釜盖的材质可为本领域常规。

[0015] 较佳地，所述釜体为不锈钢釜体，所述釜盖为不锈钢釜盖。

[0016] 在本实用新型中，所述镍镀层可为本领域常规的通过电镀得到的镀层。

[0017] 较佳地，所述镍镀层的厚度为15~50 μm 。

[0018] 在本实用新型中，所述特氟龙涂层可为本领域常规。一般地，所述特氟龙涂层可为PTFE、FEP、PFA或ETFE中的一种。

[0019] 较佳地，所述特氟龙涂层的厚度为0.5~15mm。

[0020] 通过先对反应釜内壁及内部接触部件(搅拌桨、热电偶套管)进行镀镍，然后再喷涂特氟龙涂层，该复合涂层具有结合紧密、涂层附着力强的特点。

[0021] 在本实用新型中，较佳地，所述氟化反应釜的釜体外还套设有一加热夹套。

[0022] 较佳地，所述加热夹套的一端与进热媒管出口相连，另一端与排液口相连。所述加热夹套用于通入和排出加热介质，通过合理控制温度加热促进反应进行。

[0023] 在本实用新型中，较佳地，所述釜盖上还分别设有加料接口、压力表接口、真空管接口和冷凝器接口。

[0024] 在本实用新型中，较佳地，所述釜体和所述釜盖的接触处设有密封圈。所述密封圈用于保证所述氟化反应釜内反应的密闭性和稳定性。

[0025] 所述密封圈的材质可为本领域常规。较佳地，所述密封圈为氟橡胶密封圈。

[0026] 在本实用新型中，较佳地，所述釜盖上还设有视镜。所述视镜用于观察氟化反应釜内的状况。

[0027] 在本实用新型中，较佳地，所述釜体的底部还设有圆锥状的出料口，所述出料口上设有放料阀。所述放料阀和所述出料口用于控制反应后生成的氟盐的排出，实现封闭化操作。

[0028] 较佳地，所述放料阀的内表面涂覆有聚四氟乙烯涂层。

[0029] 本实用新型的积极进步效果在于：

[0030] (1) 本实用新型的氟化反应釜的复合涂层具有优异的防腐蚀效果、耐磨性和耐热变性，反应釜使用寿命大大延长，并且可有效避免产品污染，提高了产品质量和收率。进一步地，该反应釜同时具有滴加、升温、搅拌和防腐等功能，可实现全封闭作业，避免物料的污染。

[0031] (3) 本实用新型的氟化反应釜用于核纯 ${}^7\text{LiOH}$ 转化制备 ${}^7\text{LiF}$ 时，将 ${}^7\text{LiOH}$ 溶液和电子级氢氟酸反应，可制得高纯度(纯度 $>99.98\%$) ${}^7\text{LiF}$ ， ${}^7\text{LiF}$ 产率高(产率 $>99.0\%$)，氧含量 $\leq 0.20\%$ ，符合熔盐堆 ${}^7\text{LiF}-\text{BeF}_2$ 熔盐制备原材料要求。

附图说明

[0032] 图1为本实用新型实施例1的氟化反应釜结构示意图；

[0033] 图2为本实用新型实施例1的釜盖俯视图；

[0034] 附图标记：

[0035] 1-放料阀；2-加热夹套；3-釜体；4-搅拌桨；5-密封圈；6-密封卡箍；7-釜盖；8-视镜；9-加料接口；10-压力表接口；11-真空管接口；12-冷凝器接口；13-搅拌杆；14-石墨密封套；15-搅拌电机；16-热电偶套管；17-出料口。

具体实施方式

[0036] 下面举个较佳实施例，并结合附图来更清楚完整地说明本实用新型。

[0037] 实施例1

[0038] 本实施例1提供一种氟化反应釜，氟化反应釜的结构示意图如图1所示，釜盖的俯视图如图2所示。

[0039] 该氟化反应釜包括釜体3和设于釜体3上的釜盖7，釜体3和釜盖7通过密封卡箍6扣合，釜体3为圆筒状空腔结构，釜盖7上设有一通孔用于通过搅拌装置，使搅拌装置伸入釜体3中；釜盖7上还设有一向釜体3内延伸的热电偶套管16，热电偶套管16用于插入热电偶，使热电偶的测温端伸入釜体3内；釜体3的内表面上、搅拌装置伸入釜体3内的部分的表面上和热电偶套管16的表面上均依次附着一镍镀层和一特氟龙涂层，特氟龙涂层用于直接接触反应物。

[0040] 其中，搅拌装置包括搅拌桨4、搅拌杆13和搅拌电机15，搅拌电机15的输出轴上设有石墨密封套14，使得搅拌杆13和搅拌电机15紧密连接，搅拌杆13的底部连接有搅拌桨4，搅拌桨4置于釜体3内，反应溶液在搅拌桨4的作用下，在反应釜内混合、反应；通过内置热电偶控制反应釜内的温度，保证反应在控制的温度内进行。釜体3为304不锈钢釜体，釜盖7为304不锈钢釜盖，反应釜内壁及内部接触部件（搅拌桨、热电偶套管）先进行镀镍形成镍镀层，然后再喷涂特氟龙涂层，形成镍-特氟龙复合涂层，该复合涂层为反应提供防氢氟酸腐蚀和耐磨环境。该复合涂层具有结合紧密、涂层附着力强的特点。镍镀层的厚度为15~50 μ m，特氟龙涂层的厚度为0.5~1.5mm，特氟龙涂层为PTFE。

[0041] 氟化反应釜的釜体3外还套设有一加热夹套2，加热夹套2的一端与进热媒管出口相连，另一端与排液口相连，用于通入和排出加热蒸汽，通过合理控制温度加热促进反应进行。釜体3和釜盖7接触处设有密封圈5，密封圈5为氟橡胶密封圈，密封圈5用于保证氟化反应釜内反应的密闭性和稳定性。釜盖7上还设有视镜8，视镜8内衬有防腐蚀膜材料，用于观察氟化反应釜内的状况。釜体3的底部还设有圆锥状的出料口17，出料口17上设有放料阀1，放料阀1的内表面涂覆有聚四氟乙烯涂层。放料阀1和出料口17用于控制反应后生成的 ${}^7\text{LiF}$ 浆料的排出，实现封闭化操作。此外，釜盖7上还分别设有加料接口9、压力表接口10、真空管接口11和冷凝器接口12。

[0042] 使用者在使用该反应釜进行 ${}^7\text{LiOH}$ 氟化反应时，先在进料接口投入重量为1: (1~10)的 ${}^7\text{LiOH}$ 和去离子水，打开搅拌电机，搅拌桨搅拌反应开始，将高位槽的下部和反应釜连接，通过阀门控制流量，滴加等当量的氢氟酸进行氟化反应，反应时间为1~10h，滴加完成后，继续搅拌3h；然后陈化8-24h，通过出料口17转移至过滤装置中进行过滤和洗涤，然后进行干燥除水。

[0043] 本实用新型的氟化反应釜的复合涂层防腐蚀效果好，提高了 ${}^7\text{LiOH}$ 氟化的效率和

产品纯度,可实现全封闭作业,利于简化生产工艺环节,安全便捷。已通过该氟化反应釜进行 ${}^7\text{LiOH}$ 溶液和电子级氢氟酸氟化反应,一年内设备完好,高收率地制备生产出数吨高纯度 ${}^7\text{LiF}$ 产品,产率 $>99.0\%$,纯度 $>99.98\%$ 。氧含量 $\leq 0.20\%$,符合熔盐堆 ${}^7\text{LiF}-\text{BeF}_2$ 熔盐制备原材料要求。

[0044] 以上所述,仅为本实用新型较佳的具体实施方式,但本实用新型的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本实用新型揭露的技术范围内,根据本实用新型的技术方案及其构思加以等同替换或改变,都应涵盖在本实用新型的保护范围之内。

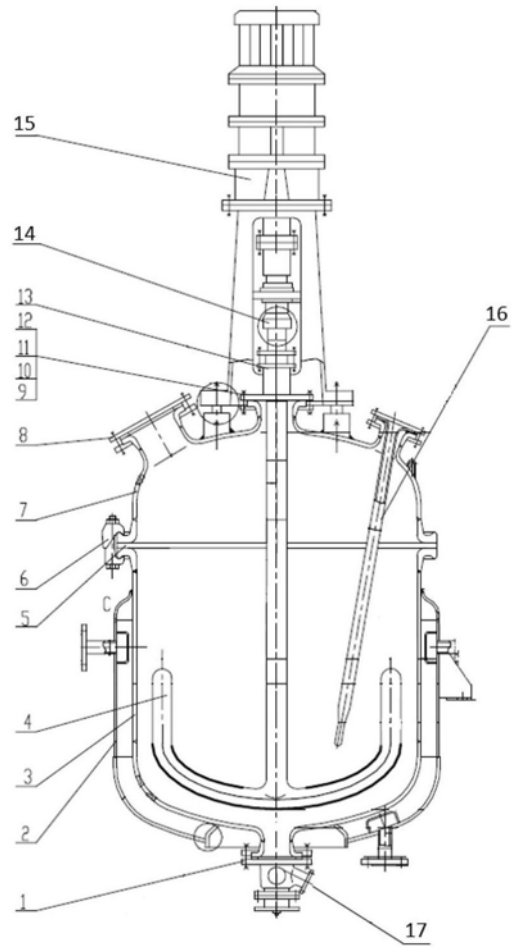


图1

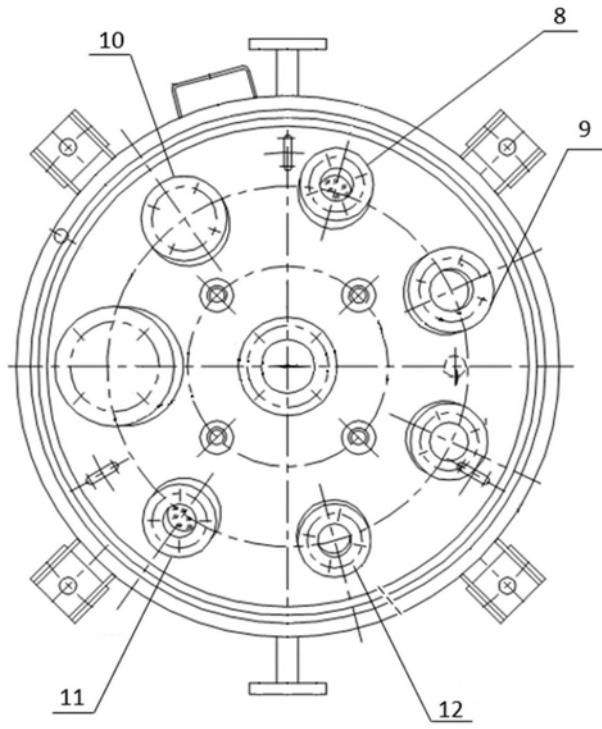


图2