

ICS 77.150.99
CCS H 60

T/CSG

甘肃省化学会团体标准

T/CSG 13—2024

高纯工业品氟化锂

High-purity lithium fluoride for industrial use

2024 - 12 - 16 发布

2024 - 12 - 16 实施

甘肃省化学会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由甘肃省化学学会提出。

本文件由甘肃省化学学会团体标准技术委员会归口。

本文件起草单位：白银中天新材料有限责任公司，兰州理工大学，甘肃省化学学会。

本文件主要起草人：许新芳，董泽群，刘宗钧，王东亮，李贵贤，王天新。

本文件为首次发布。

高纯工业品氟化锂

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了高纯工业品氟化锂的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本文件适用于高纯工业品氟化锂。产品主要用于生产氟化玻璃、制作分光计和X射线单色仪的棱镜等以及电池级六氟磷酸锂。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 191 装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准、试剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观：白色粉末。

4.2 高纯工业品氟化锂按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的技术要求。

表1 技术要求

项目		指标		
		优等品	一等品	合格品
氟化锂 (LiF) w/(%)	≥	99.999	99.99	99.95
钠 (Na) w/(mg/kg)	≤	0.5	5	10
钾 (K) w/(mg/kg)	≤	0.5	3	5
镁 (Mg) w/(mg/kg)	≤	0.5	3	10
钙 (Ca) w/(mg/kg)	≤	0.5	5	20
铁 (Fe) w/(mg/kg)	≤	1	8	15
铜 (Cu) w/(mg/kg)	≤	0.5	5	10
硅 (Si) w/(mg/kg)	≤	1	15	40
硫酸根离子 (SO ₄ ²⁻) w/(mg/kg)	≤	1	10	20
氯离子 (Cl ⁻) w/(mg/kg)	≤	0.5	5	10
水 (H ₂ O) w/(mg/kg)	≤	50	100	100

注：表中除水分外，所有指标均为以干基计。

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中试样和使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

5.2 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的一级水。试验中所需杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3之规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.4 鉴别

将试样置于玛瑙研钵中研磨后倾入样品槽中采用背压法制备试样，按照X射线衍射仪的操作要求进行测定。调节衍射仪增益使被测晶面衍射峰高度在记录范围内达到最大值，角度范围从20°~80°，通过观察测定晶面特征衍射峰的面间距和吸收峰强度应与谱图库中氟化锂相符。

5.5 氟化锂含量的计算

5.5.1 方法提要

从100%中减去钠、钾、镁、钙、铁、铜、硅、氯离子和硫酸根的质量分数，即得以干基计的氟化锂的质量分数。

5.5.2 结果计算

氟化锂 (LiF) 的质量分数 w_1 计，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = 100\% - (\sum w_3 + \sum w_4) \quad (1)$$

式中:

w_3 按第4.7章测得的钠、钾、镁、钙、铁、铜和硅的质量分数;

w_4 按第4.8章测得的氯离子和硫酸根的质量分数。

5.6 水分的检测

5.6.1 仪器

5.6.1.1 称量瓶: $\phi 70\text{mm} \times 35\text{mm}$

5.6.1.2 电热恒温干燥箱: 能控制温度为 $110\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.6.2 分析步骤

称取约25 g 试样, 精确至0.0002 g, 置于预先于 $110\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶中。于 $110\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.6.3 结果计算

水分的质量分数 w_2 ,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

m 干燥后试料质量的数值, 单位为克(g);

m_1 试料质量的数值, 单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于0.0005%。

5.7 钠含量、钾含量、镁含量、钙含量、铁含量、铜含量和硅含量的测定

5.7.1 方法提要

使用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)进行多元素同时测定。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 硝酸(密度 $\rho = 1.41\text{g/ml}$)。

5.7.2.2 硝酸溶液(2+98)。

5.7.2.3 硝酸溶液(1+1)。

5.7.2.4 混合标准溶液A: 1 mL 溶液含钠(Na)、钾(K)、镁(Mg)、钙(Ca)、铁(Fe)、铜(Cu) 0.010 mg 的混合标准溶液。

5.7.2.5 分别移取 1.00 mL 按 HG/T 3696. 2 配制的钠(Na)、钾(K)、镁(Mg)、钙(Ca)、铁(Fe)、铜(Cu) 标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液(4.7.2.2) 稀释至刻度, 摇匀。

5.7.2.6 标准溶液B: 1 mL 溶液含硅(Si)0.01 mg。

5.7.2.7 移取 1.00 mL 按 HG/T 3696. 2 配制的硅标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液(5.7.2.2) 稀释至刻度, 摇匀。

5.7.2.8 一级水: 符合 GB/T 6682 的规定。

5.7.3 仪器

5.7.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.7.3.2 抗氟炬管。

5.7.3.3 高盐雾化器。

5.7.3.4 聚四氟乙烯烧杯。

4.7.3.5 聚四氟乙烯容量瓶。

5.7.3.5 聚四氟乙烯单标线吸量管。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 仪器的清洗

清洗所有器皿前应先去污，自来水冲洗，一级水冲洗，用硝酸溶液(5.7.2.2)浸泡24 h，一级水冲洗多次，晾干，防止灰尘污染。

5.7.4.2 试验溶剂的制备

称取按第5.6条操作后的试样1.0 g，精确至0.0002g，置于聚四氟乙烯烧杯中，沿杯壁缓慢滴加10 mL硝酸溶液(4.7.2.3)，溶解试料，全部转移至100 mL聚四氟乙烯容量瓶中，用一级水稀释至刻度、摇匀。

5.7.4.3 工作曲线的绘制

5.7.4.3.1 取4个100 mL容量瓶，分别加入0.00 mL、0.50 mL、2.00 mL、5.00 mL混合标准溶液A，用一级水稀释至刻度，摇匀。此溶液用于测定钠、钾、镁、钙、铁和铜的含量。

5.7.4.3.2 再取1个100 mL容量瓶，分别加入0.00 mL、0.50 mL、2.00 mL、5.00 mL标准溶液B，用一级水稀释至刻度，摇匀。此溶液用于测定硅含量。

5.7.4.4 仪器操作

在电感耦合等离子体发射光谱仪最佳的测定条件下，按表2给出的各杂质元素测定波长，测定工作曲线中各待测元素的光谱强度，计算出各元素的浓度。每个样品测定间隙应用硝酸溶液(4.7.2.2)在线清洗1 min ~ 2 min。样品测定结束熄火前先用硝酸溶液(4.7.2.2)在线清洗5 min ~ 10 min，再用一级水在线清洗5 min~10 min。

表2 各杂质元素测定波长

杂质元素	测定波长/nm
Na	589.592
K	766.490
Mg	279.553
Ca	315.887
Fe	259.939
Cu	224.700
Si	251.611

5.7.5 结果计算

各杂质元素含量以质量分数 w_3 计，数值以mg/kg表示，按公式(3)计算：

$$w_3 = \frac{\rho \times 100}{m} \quad (3)$$

式中：

ρ 由工作曲线查出的被测溶液中被测元素浓度的数值，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)。

m 试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，各离子两次平行测定结果的绝对差值优等品不大于0.2 mg/kg、一等品不大于1 mg/kg、合格品不大于3 mg/kg。

5.8 氯离子、硫酸根含量的测定

5.8.1 方法提要

试样经超声振荡，以离子色谱法测定其中氯离子和硫酸根含量，以保留时间定性，以标准曲线法进行定量。

5.8.2 试剂

- 5.8.2.1 淋洗液：根据所用分析柱的特性，参考分析柱使用说明书，选择适合的淋洗液。
- 5.8.2.2 再生液：根据所用抑制器及其使用方式，参考抑制器使用说明书，选择适合的再生液。
- 5.8.2.3 氯离子标准溶液：1 ml 溶液含氯 (Cl) 0.010 mg。
- 5.8.2.4 移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。
- 5.8.2.5 硫酸根离子标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐 (SO₄²⁻) 0.010 mg。
- 5.8.2.6 移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。
- 5.8.2.7 去离子水：电导率 κ (25 °C) 0.0055 mS/m。

5.8.3 仪器

- 5.8.3.1 离子色谱仪。
- 5.8.3.2 超声波水浴(槽)。
- 5.8.3.3 容量瓶：100 mL，聚四氟乙烯材质。
- 5.8.3.4 一次性针筒微膜过滤器：水相、0.2 μm 。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 试样溶液的制备

称取按第4.6条操作后的试样4 g，精确至0.0002 g，置于100 mL聚四氟乙烯容量瓶中，加去离子水至刻度，盖塞，摇匀，超声60 min，然后用一次性针筒微膜过滤器过滤上清液。

5.8.4.2 仪器的准备

按照仪器使用说明调试，准备仪器，平衡系统至基线平稳。选择合适的分析柱、抑制柱及相应的工作条件。将监测器的量程选择至测量离子浓度范围。根据分析柱性能、待测样品溶液中被测离子含量选择样品定量环。

5.8.4.3 混合标准溶液的配制

移取0.00 mL(空白试验)、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL和 4.00 mL氯离子标准溶液于100 mL聚四氟乙烯瓶中，再分别对应移入0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL和8.00 mL硫酸根标准溶液，用去离子水稀释至刻度、摇匀。此为氯离子和硫酸根的混合标准溶液。

5.8.4.4 工作曲线的绘制

分析空白溶液、混合标准工作溶液，记录色谱图上的出峰时间，确定氯离子和硫酸根的保留时间，以离子的浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制工作曲线或计算出回归方程，线性相关系数应大于0.999。

5.8.4.5 试样溶液的测定

与分析工作曲线溶液相同的测试条件下，对试样溶液进行分析测定，根据被测氯离子和硫酸根的峰面积，对应的标准工作曲线确定浓度 ($\mu\text{g/mL}$)。

5.8.5 结果计算

- 5.8.5.1 氯离子或硫酸根含量以质量分数 w_4 计，数值以 mg/kg 表示，按公式(4)计算：

$$w_4 = \frac{\rho \times 100}{m} \quad (4)$$

式中：

- ρ 由工作曲线查出的被测溶液中氯离子或硫酸根浓度的数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；
- m 试料质量的数值，单位为克 (g)。

5.8.5.2 取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值氟离子含量优等品不大于0.1 mg/kg、一等品不大于1 mg/kg，合格品不大于2 mg/kg；硫酸根含量优等品不大于0.2 mg/kg、一等品不大于2 mg/kg，合格品不大于4 mg/kg。

6 检验规则

6.1 本标准要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一级别的高纯工业品氟化锂为一批。每批产品不超过20t。

6.3 按GB/T6678的规定确定采样单元数，根据GB/T 6679进行采样。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的3/4处采样。将所采的样品置于密封的塑料容器中混匀，按四分法缩分至不少于500 g，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶(或塑料袋)中，密封。瓶或袋上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品，另一份保存备查，保留时间由生产厂根据实际需要确定。

6.4 检验结果中如有指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

6.5 采用GB/T 8170规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志标签

7.1 高纯工业品氟化锂包装上应有牢固清晰的标志。内容包括：生产厂名、厂址及产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及GB 190 2009中规定的“毒性物质”标签、GB/T 191 2008中规定的“怕晒”和“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的高纯工业品氟化锂都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址及产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 高纯工业品氟化锂采用2种包装方式。

8.1.1 集装袋包装：内袋包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，上下口用塑料捆扎绳或其他质量相当的绳牢固扎口。外袋包装采用聚丙烯塑料集装袋，上下口用集装袋自带绳扎口。最外层采用聚乙烯塑料薄膜套袋包装，上口采用松紧带扎口。每袋净含量500kg，或根据用户要求协商确定包装净含量。

8.1.2 牛皮纸袋包装：包装袋采用牛皮纸加内附聚乙烯塑料膜，封口处牛皮纸与聚乙烯塑料分开，塑料膜采用热合封口，牛皮纸采用尼龙线缝制封口。每袋净含量25kg，或根据用户要求协商确定包装净含量。

8.2 高纯工业品氟化锂在运输过程中应有遮盖物、防止暴晒、雨淋、受潮。运输前应先检查包装容器是否完整、密封，运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与酸类、氧化剂、食品及食品添加剂混运。运输时运输车辆应配备泄漏应急处理设备。公路运输时要按规定路线行驶，勿在居民区和人口稠密区停留。

8.3 高纯工业品氟化锂应贮存在阴凉、通风、干燥的仓库中，防止雨淋、受潮。远离火种、热源。应与氧化剂、酸类、食用化学品分开存放，切忌混贮。贮存区域应有合适的材料收容泄漏物。

9 安全

9.1 高纯工业品氟化锂具有毒害性，工作场所与休息场所应严格分开：操作工人和分析人员取样时应佩戴劳动保护用品。

9.2 高纯工业品氟化锂与眼睛或皮肤接触后，立即用大量水冲洗至少15 min；严重者立即就医。

9.3 高纯工业品氟化锂泄漏应急处理：隔离泄漏污染区，防止与酸接触，限制进入。泄漏物应立即收集至固定容器内，按环保要求集中处理。被污染的地面用水冲洗，冲洗的污水应进入污水处理系统，不应直接进入下水道。