《氟化铯》行业标准编制说明

**一、工作简况**

1、产品简况

本产品为无色立方结晶或粉末，沸点 1251℃;熔点682℃；易溶于水，常温下溶解度：367克，密度：4.12g/cm3，有刺激性。氟化铯主要用于用于制作氟铝酸铯，用于铝-铝、铝-铜、铝-不锈钢焊接的钎焊剂。在有机化学中。做为一种碱进行羟醛缩合反应，已逐步取代氟化钾与氟化钠。此外氟化铯还是向有机的中引入氟的重要原料，市场前景十分广阔。

2、生产工艺

氟化铯的工业生产方法主要以铯榴石酸法分解沉矾，再经转化苛化，从而得到氢氧化铯溶液，再加入氢氟酸转型成氟化铯溶液，浓缩结晶烘干制得。少量是以锂云母提锂母液为原料在碱性环境下，用t-BAMBP为萃取剂分离，再用氢氟酸反萃制备。目前由于锂云母中铯含量低，且锂云母的开发存在成本过高的原因，此方法大量制备氟化铯受到了极大的限制。所以工业上氟化铯的产品主要是以铯榴石为原料所生产。

3、任务来源

根据工信部《工业和信息化部办公厅关于印发2016年第2批行业标准制修订计划的通知》（工信厅科【2016】58号文件精神，《氟化铯》被列入2017年有色金属行业标准制定计划项目，计划编号为2016-0295T-YS，本标准制定由江西东鹏新材料有限责任公司负责起草，项目计划完成时间为2017年。

4、起草单位公司简况

成立于2000年10月，是一家高新技术企业，公司位于江西新余市，公司主要从事锂、铷、铯等轻稀有金属盐类的研发、生产与销售，在铯盐生产工艺，电池级氟化锂生产工艺等领域获得了一系列科研成果并取得了发明专利，是国内最大的铯盐生产企业，也是全球独家规模化生产铷盐的企业，产品远销东南亚、欧美等国家和地区。

5、主要工作过程

本标准的编制经过了以下几个阶段：

1）2016年8月成立编制委员会，委员会内部明确了各部门的工作职能和任务。

2）2016年9月～2016年12月对运行的企业标准进行了各方面的试验和验证。

3）2017年1月根据收集到的用户质量要求，结合企业标准，形成《氟化铯》行业标准草案。

4）2017年2月～2017年3月，以电子文本形式征求国内相关单位的意见。(见附表）

5）2017年4月25日在扬州进行讨论稿的评审。

6）2017年8月26日在天津进行预审稿的评审。

**二、标准的制定原则和依据**

1、标准格式按照GB/T 1.1-2009的标准要求进行制定。制定的标准有利于规范市场，切实可行，具有可操作性，同时充分考虑企业、使用单位及相关各方面的意见和建议。

1

2、本标准的制定首先立足于满足客户的实际使用情况。氟化铯主要用于用于制作氟铝酸铯，用于铝-铝、铝-铜、铝-不锈钢焊接的钎焊剂。在有机化学中。做为一种碱进行羟醛缩合反应，已逐步取代氟化钾与氟化钠。同时氟化铯还是向有机物中引入氟的重要原料。

3、在现有技术条件下，氟化铯的生产其原材料主要是铯榴石矿和锂云母矿。江西东鹏新材料有限责任公司根据公司多年的实际生产经验和成熟的工艺条件，针对产品的不同

用途，结合客户的具体要求，本标准规定了Li、Na、K、Rb、Ca、Mg、Fe、Al、Ba、Sr、SO4、Cl、HF的总量控制要求。

4、调研和分析工作的情况

氟化铯主要用于制作氟铝酸铯，用于铝-铝、铝-铜、铝-不锈钢焊接的钎焊剂。在有机化学中。做为一种碱进行羟醛缩合反应，已逐步取代氟化钾与氟化钠。此外氟化铯还是向有机的中引入氟的重要原料。犹其在钎剂行业中，由于用氟化铯制备的氟铝酸铯钎剂熔点低（470℃以下），焊接点牢固，已完全取代了传统焊剂在铝-铝、铝-铜、铝-不锈钢方面的市场。市场前景十分广阔。

**三、标准指标的确定依据、及其理由等：**

1、确定化学成分的依据

本产品目前在国内没有行业标准，国际上有Rock Wood(现雅宝）和Cabot两家公司在生产。而Rock Wood只有99.9%和99.99%两种产品的标准,所以我司在高纯级产品上参照Rock Wood的标准，在两个低级别的产品上以我公司的实际水平所制定。并以以我司当前的技术水平为基础制定本标准，以满足行业发展的需要。在现有技术条件下，氟化铯的生产原材料主要是铯榴石矿和锂云母矿。江西东鹏新材料有限责任公司根据公司多年的实际生产经验和成熟的工艺条件，针对产品的不同用途，标准规定了杂质Li、Na、K、Rb、Ca、Mg、Fe、Al、Ba、Cr、Sr、SO4、Cl、HF总量控制要求。其中①Li、Na的制订，各种工艺中Li、Na基本不会富集，编制时标准比较高。②K的制订，由于K、Rb、Cs的性质比较接近，分离较为困难，按照在能满足用户的基础上，同时对生产企业不会造成过高的成本的原则下制订该指标。③Rb的制订，由于Rb和Cs性能接近，分离困难，分离成本高，但其用途在很多领域可以通用，客户要求相对较为宽松，所以在制订标准时在能满足用户的基础上比其他碱金属的要求有所放宽。④Ca、Mg的制订，Ca和Mg性能较为接近，在碱性环境下易于除去，对生产单位影响不大，但对于催化剂行业，Ca和Mg影响不大，用户也未有苛克的要求，标准制定时对低级产品较宽松，不用在催化剂行业相对较为严格。⑤Fe、Al的制订，Fe、Al在制作中最易除去，控制在低含量。⑥Sr、Ba的制订，Sr、Ba为有毒的碱土金属为品中要求严格，同时由于Sr、Ba的碳酸盐溶解度小，易于除去，所以制订比较严格。⑦Cr的制订，Cr为重金属离子且有毒，所以对于重金属的控制用户要求最为严格。⑧SO4、Cl的制订，SO4、Cl高会使产品的主成份达不到要求，所以需严格控制。⑨HF的制订，产品中HF的含量高说明生成了氟化氢盐，从而降低了产品的主含量，且客户在使用时会产生出游离的氟化氢对设备有腐蚀，故需严格控制。

本标准所规定的检验项目符合氟化铯生产工艺要求，同时参考了国内外部份生产企业和使用企业的实际水平。收集了不同厂家（实验室）生产（试制）的15批次样品，各项元素检测结果汇总见表1。

2

表1

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品批次 | 主成份及杂质元素含量（%） | | | | | | | | | | | | | |
| ＣsＦ | Ｌi | Ｎa | Ｋ | Ｒb | Ｃa | Ｍg | Ｆe | Ａl | Ｐb | ＨＦ | ＳＯ４ | Ｃl |
| 1 | ≥99 | 0.0002 | 0.017 | 0.0027 | 0.17 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0046 | 0.0014 | 0.0005 | 0.08 | 0.025 | 0.005 |
| 2 | ≥99 | 0.0003 | 0.011 | 0.0043 | 0.16 | 0.0007 | 0.0002 | 0.018 | 0.0022 | 0.0007 | 0.082 | 0.004 | 0.003 |
| 3 | ≥99 | 0.0002 | 0.0033 | 0.0027 | 0.16 | 0.0014 | 0.0002 | 0.0095 | 0.0016 | 0.0006 | 0.065 | 0.005 | 0.003 |
| 4 | ≥99 | 0.0001 | 0.01 | 0.0028 | 0.25 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0068 | 0.0016 | 0.0005 | 0.05 | 0.007 | 0.0035 |
| 5 | ≥99 | 0.0002 | 0.0087 | 0.0016 | 0.25 | 0.0013 | 0.0002 | 0.009 | 0.0016 | 0.0005 | 0.11 | 0.01 | 0.005 |
| 6 | ≥99.9 | 0.0001 | 0.0004 | 0.0005 | 0.033 | 0.0005 | 0.0001 | 0.0046 | 0.0005 | 0.0002 | 0.08 | 0.008 | 0.008 |
| 7 | ≥99.9 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.012 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0025 | 0.0006 | 0.0003 | 0.06 | 0.0075 | 0.009 |
| 8 | ≥99.9 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0068 | 0.0005 | 0.0001 | 0.004 | 0.0004 | 0.0003 | 0.05 | 0.007 | 0.008 |
| 9 | ≥99.9 | 0.0001 | 0.0008 | 0.0002 | 0.011 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0027 | 0.0004 | 0.0003 | 0.03 | 0.005 | 0.006 |
| 10 | ≥99.9 | 0.0001 | 0.0009 | 0.0009 | 0.034 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0031 | 0.0003 | 0.0002 | 0.005 | 0.008 | 0.008 |
| 11 | ≥99.99 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.002 | 0.0003 | 0.0001 | 0.0011 | 0.0001 | 0.0002 | 0.04 | 0.005 | 0.004 |
| 12 | ≥99.99 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0035 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0015 | 0.0001 | 0.0002 | 0.02 | 0.004 | 0.004 |
| 13 | ≥99.99 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0015 | 0.0003 | 0.0001 | 0.001 | 0.0001 | 0.0002 | 0.04 | 0.003 | 0.003 |
| 14 | ≥99.99 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0001 | 0.001 | 0.0002 | 0.0001 | 0.001 | 0.0001 | 0.0003 | 0.01 | 0.003 | 0.001 |
| 15 | ≥99.99 | 0.0001 | 0.0001 | 0.0003 | 0.0022 | 0.0001 | 0.0001 | 0.002 | 0.0001 | 0.0002 | 0.01 | 0.003 | 0.002 |

2、产品牌号

根据产品的市场需求和目前的实际质量水平，本标准按化学成分主含量分为3个牌号：99.00%、99.90%、99.99%。

3、化学成分

氟化铯的化学成分应符合表2的规定

表2　氟化铯的化学成分

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氟化铯主含量不小于% | 杂质含量不大于（%） | | | | | | | | | | | | | |
| Li | Na | K | Rb | Ca | Mg | Al | Fe | Ba | Sr | Cr | SO4 | Cl | HF | |
| 99.00 | 0.001 | 0.0200 | 0.0200 | 0.5000 | 0.0050 | 0.0010 | 0.0050 | 0.0200 | 0.0020 | 0.0020 | 0.0010 | 0.0300 | 0.0300 | 0.1000 | |
| 99.90 | 0.0005 | 0.0100 | 0.0300 | 0.0500 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0020 | 0.0050 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0005 | 0.0100 | 0.0100 | 0.0500 | |
| 99.99 | 0.0001 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0050 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0010 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0050 | 0.0050 | 0.0500 | |
| 注：氟化铯含量（质量分数）为100%减去表中杂质实测总和后的余量 | | | | | | | | | | | | | | | |

4、Rock Wood标准

Rock Wood标准氟化铯的化学成分如表3

表3 Rock Wood标准氟化铯的化学成分

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氟化铯主含量不小于% | 杂质含量不大于（%） | | | | | | | | | | | | | |
| Li | Na | K | Rb | Ca | Mg | Al | Fe | Ba | Sr | Cr | SO4 | Cl | HF | |
| 99.90 | 0.0005 | 0.0100 | 0.0300 | 0.0100 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0010 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0003 | 0.0100 | 0.0100 | 0.1000 | |
| 99.99 | 0.0001 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0050 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0010 | 0.0005 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0050 | 0.0050 | 0.1000 | |

3

　5、上海中锂标准

上海中锂标准氟化铯的化学成分如表4

表4上海中锂标准氟化铯的化学成分

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氟化铯主含量不小于% | 杂质含量不大于（%） | | | | | | | |
| K | Ｃa | Ａl | Ｂa | Ｐb | ＳＯ4 | Ｃl | Ｂr |
| 99.0 | 0.05 | 0.005 |  |  | 0.05 | 0.05 | 0.03 |  |
| 99.5 | 0.04 | 0.002 | 0.001 | 0.01 | 0.05 | 0.05 | 0.03 | 0.03 |
| 99.9 | 0.002 | 0.002 | 0.001 | 0.01 | 0.003 | 0.003 | 0.03 | 0.02 |

　　　　 本标准与Rock Wood的标准对比，指标相差不大，有些指标比Rock Wood标准控制更严。和国内同行业中锂相比增加了分析项目。

　　　　6、外观质量

产品为白色结晶粉末，目视无可见夹杂物。

**四、验证试验的情况和结果**

本标准是结合用户要求，按本标准生产的氟化铯，经使用单位检验和使用，可以满足用户单位的使用要求。并经生产单位实践验证，本标准的各项技术指标合理，并具有一定的先进性。

**五、与有关的现行法律，法规和强制国家标准的关系**

本标准与有关现行法律，法规和强制的国家标准没有冲突。

**六、标准作为强制性或推荐性标准的建议**

本标准应作为推荐性标准。

**七、贯彻标准的要求和措施建议**

本标准反映了氟化铯使用行业的需求，可积极向厂家及国内外用户推荐采用本标准。

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

无

**九、废止现行有关标准的建议**

本标准是新制订的，国内以前没有《氟化铯》标准。

**十、预期效果**

本标准的制定将为生产、使用、贸易三方提供最基本的技术依据，依据本标准，要求生产方正确采用原材料，合理调整生产工艺，完善检测手段，为用户生产出更满意的产品；让使用方合理、高效、低耗地使用本产品；本标准的制定将会促进本行业的规范化发展。

　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　东鹏新材料有限责任公司标准编制组

4

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：氟化铯 承办人：张明 共 1 页 第 1 页

标准项目负责起草单位：江西东鹏新材料有限责任公司 电话：18870282805 2017年3月30日填写

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 2.2 | 将章条2.2和章条2.3对换，先写化学成分，再写外观质量 | 江西赣锋锂业有限公司 | 采纳 |  |
| 2 | 4.1.2 | 将应在收到产品之日起30d内向供方提出改为应在收到产品之日起30天内向供方提出… | 江西合纵锂业科技有限公司 | 采纳 |  |
| 3 | 2.2 | 将99.99%氟化铯指标适当进行调整，  钠0.0005%建议放宽至0.0010%  钙0.0001%建议放宽至0.0005%，  铷0.0010%建议放宽至0.0050%， | 上海中锂 | 采纳 |  |
| 4 | 2.2 | 增加阴离子氯离子的测定 | 采纳 |  |
| 5 |  | 无意见 | 江西本源新材料科技有限公司 |  |  |
| 6 |  | 无意见 | 江西银锂 |  |  |
| 7 |  |  |  |  |  |

说明（1）发送《征求意见稿》的单位数： 5个；

（2）收到《征求意见稿》后，回函的单位数： 5个；

（3）收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数： 3个；

（4）没有回函的单位数： 0个。

　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　　5