

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 661—202X

代替 YS/T 661—2016

电池级氟化锂

Battery grade lithium fluoride

(预审稿)

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。本文件代替YS/T 661—2016《电池级氟化锂》。与YS/T 661—2016相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了产品的化学成分（见 4.1，2016 年版的 3.1）；
- b) 增加了产品的 pH 要求（见 4.3）；
- c) 更改了产品的试验方法（见 5，2016 年版的 4）。
- d) 增加了产品的类型鉴别方法（见附录 A）
- e) 增加了产品的化学分析方法（见附录 B、C）

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：江西赣锋锂业集团有限公司、***、***。

本文件主要起草人： 。

本文件及其所代替或废止的文件的历次版本发布情况。

——2007 年首次发布为 YS/T661-2007，2016 年为第一次修订为 YS/T661-2016；

——本次为第二次修订。

电池级氟化锂

1 范围

本文件规定了电池级氟化锂的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、随行文件和订货单内容。

本文件适用于以单水氢氧化锂、碳酸锂为原料制得的电池级氟化锂。产品主要用于生产电池级六氟磷酸锂。

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/T 191 包装储运图示标志

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

GB/T 6678-2003 化工产品采样总则

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

GB/T 22660.6-2008 氟化锂化学分析方法

GB/T 23769 无机化工产品中水溶液中 pH 值测定通用方法

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 化学成分

电池级氟化锂产品的化学成分应符合表 1 的规定。

表 1 化学成分

%（质量分数）

LiF, 不小于	杂质含量，不大于						
	Na	K	Ca	Mg	Fe	Al	Ba
99.95	0.0010	0.0010	0.0010	0.0008	0.0010	0.0010	0.0010
99.95	Pb	Ni	Cu	Si	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻	
	0.0005	0.0005	0.0005	0.0040	0.0020	0.0020	

注：1、主含量为100%减去表中杂质实测值总和的余量。
2、产品类型鉴别：氟化锂通过X射线衍射确定，见附录A。

4.2 水分

产品中的水分含量 $\leq 0.02\%$ 。

4.3 pH值

产品中的pH值为6.0~7.0。

4.4 外观质量

产品为白色晶状粉末，无目视可见的夹杂物。

5 试验方法

5.1 产品的化学成分中金属离子按照附录B规定进行，Cl和 SO_4^{2-} 按照附录C进行，Si参照GB/T 22660.6进行。

5.2 产品的水分测定按GB/T 6283的规定进行。

5.3 产品的pH值测定按GB/T 23769的规定进行。

5.3 产品的外观质量用目视法检查。

6 检验规则

6.1 检查和验收

6.1.1 产品应由供方质量检验部门进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

6.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单规定不符时，应以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。属于外观质量的异议，应在收到产品之日起7天内向供方提出；属于化学成分、pH及水分的异议，应在收到产品之日起30天内向供方提出由供需双方协商解决。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

6.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一混合料组成。每批净重不大于1000kg。

6.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、水分、pH及外观质量的检验。检验项目应符合表2的规定。

表2 检验项目和抽样规定

检验项目	取样规定	要求的章条号	试验方法章节号
化学成分	采用非金属取样器，取样管	4.1	5.1
水分	快速沿袋中心插至袋2/3处，	4.2	5.2
pH	所取样品快速混匀后用四分法缩分至约50g。抽样数量按GB/6678中7.6条的规定。	4.3	5.3
外观质量	逐件	4.4	5.4

6.4 检验结果的判定

6.4.1 产品的化学成分检验结果不合格时，则由同一批产品中加倍取样，对不合格项目进行重复检验，如仍有一个检验结果不合格时，则判该批为不合格。

6.4.2 产品的水分结果不合格时，则从同一批产品中加倍取样，对不合格项目进行重复检验，如检验结果仍不合格时，则判该批为不合格。

6.4.3 产品的pH结果不合格时，则从同一批产品中加倍取样，对不合格项目进行重复检验，如检验结果仍不合格时，则判该批为不合格。

6.4.4 产品外观质量不合格时，判该批不合格。

7 标志、包装、运输、贮存及随行文件

7.1 标志

产品外包装上应附有以下内容：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称；
- c) 批号；
- d) 净重；
- e) 毛重；
- f) 产品规格；
- g) 本文件编号；
- h) GB/T 191中“怕雨”标志。

7.2 包装

产品采用内衬塑料薄膜袋，外套塑料编织袋双层包装或用塑料复膜袋包装。内袋扎扣或热合，外袋封口牢固。每袋净重根据客户要求进行包装。

7.3 运输与贮存

7.3.1 产品运输时应采用防雨运输工具，避免与酸接触，搬运时防止包装袋破损，并注意防潮。

7.3.2 产品应存放于干燥、无酸、无碱气氛之处，不得露天堆放，严防受潮。

7.3.3 产品自生产之日起，在所要求包装条件和储存条件下，质保期为一年。

7.4 随行文件

每批产品应附有随行文件，应包括如下内容：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称；
- c) 外观；
- d) 产品批号；
- e) 净重和件数；
- f) 各项分析检验结果和技术监督部门印记；
- g) 本文件编号；
- h) 出厂日期（或包装日期）；
- i) 产品使用说明；

j) 其他。

8 订货单内容

本文件所列产品的订货单应包括下列内容：

- a) 产品名称；
 - b) 净重和件数；
 - c) 包装要求
 - d) 交货日期
 - e) 本标准编号；
 - f) 其他。
-

附录 A

(规范性附录)

A.1 鉴别

将试样置于玛瑙研钵中研磨后倾入样品槽中制备样品,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,测定晶面特征衍射的面间距和吸收峰强度应与谱图库中氟化锂相符,见图 A.1。

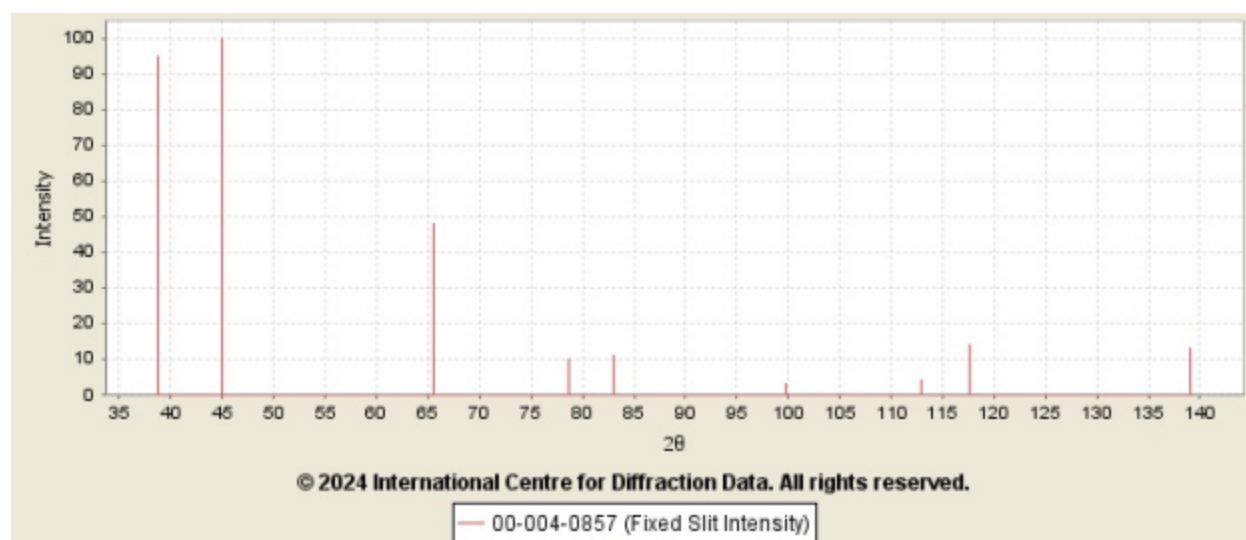


图 A.1 氟化锂标准谱图

附录 B

(规范性附录)

电池级氟化锂中钠、钾、钙、镁、铁、铝、镍、铅、铜、钡含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

B.1 原理

试料以硝酸溶解，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上采用标准曲线法测定电池级氟化锂中钠、钾、钙、镁、铁、铝、镍、铅、铜、钡的含量。

B.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

B.2.1 水，GB/T 6682，二级。

B.2.1 硝酸 ($\rho: 1.42\text{g/mL}$)。

B.2.2 硝酸 (1+1)。

B.2.3 钠、钾、钙、镁、铁、铝、镍、铅、铜、钡标准贮存溶液 $100\mu\text{g/mL}$ 。亦可购买市售有证标准物质。

B.2.4 氩气 ($w_{Ar} \geq 99.995\%$)。

B.3 仪器设备

B.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

B.3.2 电子分析天平。

B.3.3 数控超声清洗器。

B.4 样品

样品应符合 GB/T 22660.1 中 3.3 的要求。

B.5 试验步骤

B.5.1 试料

称取 1.0g 样品，精确至 0.0001g。

B.5.2 平行试验

平行做两份试验。

B.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

B.5.4 测定

B.5.4.1 用 50mL 干燥塑料离心管称取待测样品 1g (精确至 0.0001g)，用少量纯水润湿样品，加入 12mL

1+1 硝酸溶解, 冲洗离心管内壁, 冷却至常温, 置于超声清洗器超声溶解, 冷却至常温, 定容至刻度线。
B. 5. 4. 2 测试分析试液 (B. 5. 4. 1) 与空白试液 (B. 5. 3), 仪器根据工作曲线自动进行数据处理, 计算并输出各元素含量。

B. 5. 5 工作曲线溶液的准备

B. 5. 5. 1 分别移取钠、钾、钙、镁、铁、铝、镍、铅、铜、钡等元素的混标溶液 (100mg/L) 0mL、0. 30mL、0. 60mL、1. 20mL 于一系列 100mL 容量瓶中, 加 2 mL (1+1) 硝酸, 加水稀释至刻度得到 0mg/L、0. 3mg/L、0. 6mg/L、1. 2mg/L 的混标溶液, 摇匀备用。

B. 5. 6 测定

B. 5. 6. 1 将标准工作曲线系列溶液 (B. 5. 5) 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪, 按设备推荐的分析谱线进行测定。以元素标准溶液质量浓度为横坐标, 发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

A. 5. 6. 2 当工作曲线线性 ≥ 0.999 时, 进行空白试验溶液和试验溶液的测定, 由计算机自动给出元素的质量浓度。

表 2. 1 待测元素分析谱线推荐波长

单位为纳米

元素	推荐波长	元素	推荐波长
Na	589. 592	Ca	396. 847
K	766. 491	Mg	279. 553
Fe	238. 204	Pb	220. 353
Al	396. 153	Cu	327. 393
Ni	231. 604	Ba	455. 403

B. 6 试验数据处理

元素含量以各元素的质量分数 $w_{(x)}$ 计, 数值以%表示, 按式 (1) 计算:

$$w_{(x)} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查的试液中各元素的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——从工作曲线上查的空白溶液中各元素的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——测定试液的体积, 单位为毫升 (mL);

m_0 ——试料量, 单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后两位有效数字, 按 GB/T 8170 的规定进行修约。

附录 C

(规范性附录)

电池级氟化锂中氯离子、硫酸根离子含量的测定
离子色谱法

C.1 原理:

电池级氟化锂中可溶性无机阴离子经阴离子交换色谱柱交换分离,由抑制型电导检测器进行测定,根据混合标准溶液中各阴离子出峰的保留时间以及峰面积(或峰高)可进行定性和定量测定氯离子和硫酸根。

C.2 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

C.2.1 水,GB/T 6682,二级,并经过 $0.45\mu\text{m}$ 微孔滤膜的水

C.2.2 氯标准贮存溶液 $1000\mu\text{g/mL}$ 。亦可购买市售有证标准物质。

C.2.3 硫酸根标准贮存溶液 $1000\mu\text{g/mL}$ 。亦可购买市售有证标准物质。

C.3 仪器设备

C.3.1 离子色谱。

C.3.2 电子分析天平。

C.3.3 数控超声清洗器。

C.4 样品

样品应符合GB/T 22660.1中3.3的要求。

C.5 分析步骤

C.5.1 试料

称取 0.2g 样品,精确至 0.0001g 。

C.5.2 平行试验

独立地进行两次测定,取其平均值。

C.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

C.5.4 测定

C.5.4.1 用100mL干燥塑料烧杯称取待测样品0.2g(精确至0.0001g),用少量水冲洗杯壁,加入50–60mL水,置于超声清洗器超声溶解,转移至100mL塑料容量瓶,定容至刻度线,摇匀。记为试样溶液A。

C.5.4.2 根据仪器使用说明书优化测量条件或参数,按照与绘制标准曲线相同的色谱条件,将试样溶液A注入离子色谱仪测定阴离子浓度,以保留时间定性,峰面积(或峰高)定量。

注1:若测定结果超出标准曲线范围,应将样品用实验用水稀释处理后重新测定。

C.6 工作曲线的绘制

C.6.1 国家标准样品(氯/硫酸根标准溶液1000ug/mL)中取25毫升到250毫升的容量瓶中,定容,摇匀,此溶液为100ug/mL。

C.6.2 于100ug/mL标准贮存溶液中分取25毫升到250毫升容量瓶中,定容摇匀,此溶液为10ug/mL。

C.6.3 移取上述10ug/mL溶液0mL、1mL、2mL、5mL、10mL、20mL于一系列100mL容量瓶中,加水定容至刻度线,摇匀,得到0、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0 ug/mL 6个不同浓度的混合标准系列。按其浓度由低到高的顺序依次注入离子色谱仪,记录峰面积(或峰高)。以各离子的质量浓度为横坐标,峰面积(或峰高)为纵坐标,绘制标准曲线。

注2:可根据被测样品的浓度确定合适的标准系列浓度范围。

C.7 试验数据处理

氯离子、硫酸根含量以质量分数 $w_{(X)}$ 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_{(X)} = C \times \frac{100}{m_0} \div 10000 \% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C——从工作曲线所得氯离子、硫酸根的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m_0 ——试料量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位有效数字,按GB/T 8170的规定进行修约。