

# 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

(送审稿)

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) 更改了产品的组批方法（见 6.2，2016年版的 5.2）；
- e) 增加了产品的类型鉴别方法（见附录 A）；
- f) 增加了产品的化学分析方法（见附录 B、C、D）。

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、江西东鹏新材料有限公司、湖北百杰瑞新材料股份有限公司、新余赣锋锂业有限公司、新疆有色金属研究所有限公司、宜春银锂新能源有限责任公司、成都开飞高能化学工业有限公司、江西九岭锂业股份有限公司。

本文件主要起草人：李强、廖萃、彭文修、周家红、甘天普、朱晶晶、江姚泉、吴建江、邓红云、蔡荣富、曾飞强、姚丽、罗红勇、周莹姣、陈欣、杨慧琳。

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技术要求、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。

本文件适用于以各种方法制得的电池级氟化锂。

## 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 第 6 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法

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
	Pb	Ni	Cu	Si	Cl <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	
	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。  
注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

产品中的水分含量应不大于0.02%。

#### 4.3 pH 值

产品的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 按照附录 C 进行，SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>按照附录 D 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10 t。

#### 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，取样管快速沿	4.1	5.1
水分	袋中心插至袋 2/3 处，所取样品快速	4.2	5.2
pH	混匀后用四分法缩分至约 50g。抽样数量按 GB/ 6678-2003 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，判该件不合格。

## 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

产品运输时应避免与酸接触，搬运时应防止包装袋破损，并注意防潮。

### 7.4 贮存

7.4.1 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。

7.4.2 产品自生产之日起，在所要求包装条件和储存条件下，保质期为一年。

### 7.5 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) 产品批号；
- d) 净重和件数；
- e) 各项分析检验结果和技术监督部门印记；

- f) 本文件编号；
- g) 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) 本文件编号；
- e) 其他。

## 附录 A

(规范性)

## 物相鉴别

## 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。

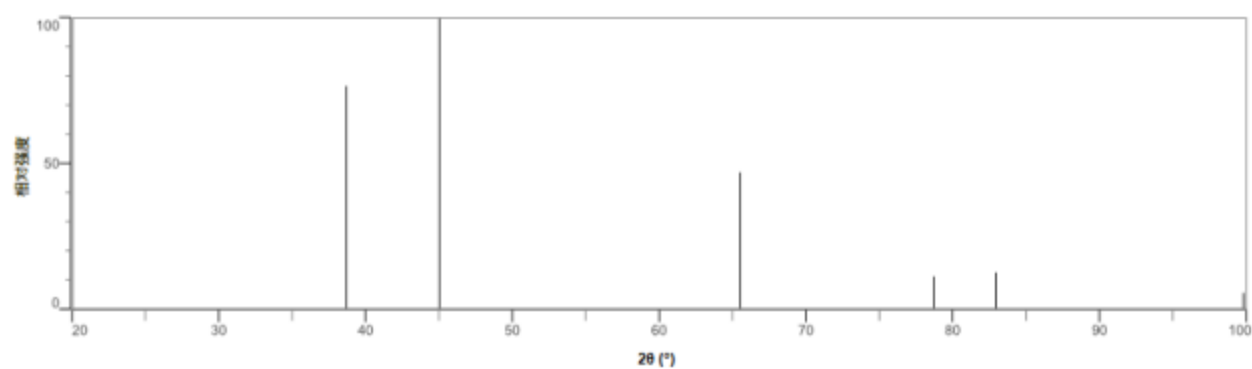


图 A.1 氟化锂标准谱图



## 附录 B

(规范性)

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、钡标准溶液  $100\mu\text{g/mL}$ 。或购买市售有证标准物质。

B.2.4 氩气 ( $w_{\text{Ar}} \geq 99.995\%$ )。

## 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

取经干燥，不结块的电池级氟化锂样品，置于干燥器中保存待测。

## 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 硝酸(B.2.2)溶解,冲洗离心管内壁,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 分别移取标准溶液(B.2.3)0mL、0.10mL、0.20mL、0.50mL 于一系列 100mL 容量瓶中,加 2 mL 硝酸(B.2.2),加水稀释至刻度得到 0mg/L、0.1mg/L、0.2mg/L、0.5mg/L 的混合标准溶液,摇匀备用。

#### B.5.5.2 测定

B.5.5.2.1 将标准工作曲线系列溶液(B.5.5.1)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。

B.5.5.2.2 当工作曲线线性 $\geq 0.999$ 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 B.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,按式(B.1)计算:

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

式中:

$\rho_1$ ——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( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_0$ ——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)

## 电池级氟化锂中氯离子含量的测定 氯化银浊度法

## C.1 原理

在硝酸介质中，电池级氟化锂中可溶性氯离子与银离子生成难溶的氯化银。在一定的时间内氯化银呈悬浮体，于分光光度计波长 420nm 处测量吸光度，求得氯离子的含量。

## 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。

C.2.2 硝酸 ( $\rho$ : 1.42g/mL)。

C.2.3 硝酸 (1+1)。

C.2.4 硝酸 (9+16)。

C.2.5 硝酸银溶液 (0.1mol/L)。

C.2.6 丙三醇溶液 (1+4)。

C.2.7 对硝基苯酚指示剂 (1g/L)。

C.2.8 氢氧化钠溶液 (100g/L)。

C.2.9 氯标准贮存溶液: 1000  $\mu$ g/mL。(可购买国家有证标准物质或标准贮存溶液)。

C.2.10 氯标准溶液 A: 100  $\mu$ g/mL。由氯标准贮存溶液稀释可得。

C.2.11 氯标准溶液 B: 10  $\mu$ g/mL。由氯标准溶液 A 稀释可得。

## C.3 仪器设备

C.3.1 分光光度计。

C.3.2 电子分析天平。

C.3.3 加热板。

## C.4 样品

取经干燥，不结块的电池级氟化锂样品，置于干燥器中保存待测。

## C.5 试验步骤

## C.5.1 试料

称取 5.0g 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干燥聚四氟烧杯称取待测样品5g（精确至0.0001g），用少量水冲洗杯壁，加入50~60mL水，置于电炉上加热保持微沸10min后取出，冷却至室温，转移至100mL塑料容量瓶，定容，摇匀，干过滤，得滤液A。

c.5.4.2 从滤液A中分取20mL溶液到50mL棕色容量瓶中，加入2mL硝酸（C.2.3）、2mL丙三醇溶液（C.2.6）、2mL硝酸银溶液（C.2.5），以水定容，摇匀，放置15min。此溶液为B。在分光光度计上，用水作参比，用3cm比色皿于波长420nm处测定B溶液的吸光度A，在工作曲线上查出对应的氯离子的浓度 $\rho_1$ 。

### c.6 工作曲线的绘制

c.6.1 分别移取氯标准溶液B（C.2.11）0mL、2mL、4mL、6mL、8mL、10mL、20mL于一系列100mL烧杯中，加1滴1g/L的对硝基苯酚指示剂（C.2.7），如无黄色，用氢氧化钠溶液（C.2.8）调至黄色。再用硝酸（C.2.4）调至无色，过量硝酸（C.2.3）2mL。

c.6.2 将调好的溶液（c.6.1）转移至系列50mL棕色容量瓶中，加入2mL丙三醇溶液（C.2.6），2mL硝酸银溶液（C.2.5），定容摇匀，静置15分钟后上分光光度计测量（波长420nm，比色皿3cm）。

c.6.3 以吸光度为横坐标，浓度为纵坐标绘制工作曲线。

### c.7 试验数据处理

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

$$w_{Cl^-} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1 \times 50 \times 10^{-6}}{m_0 \times 20} \times 100\% \dots \dots \dots (c.1)$$

式中：

$\rho_1$ ——从工作曲线所得氯的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ ——从工作曲线所得空白溶液中氯的浓度，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 D  
(规范性)

电池级氟化锂中硫酸根离子含量的测定 硫酸钡浊度法

D.1 原理

在盐酸介质和有稳定剂存在的情况下，电池级氟化锂中可溶性硫酸根与钡离子生成难溶的硫酸钡，在一定时间内悬浮于溶液中，于分光光度计波长 420nm 处测量其吸光度，求得硫酸根的含量。

D.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。

D.2.1 水，GB/T 6682，二级。

D.2.2 盐酸 ( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ )。

D.2.3 盐酸 (1+1)。

D.2.4 盐酸 (1+3)。

D.2.5 氯化钡溶液 (200g/L)，使用时现配。

D.2.6 丙三醇溶液 (1+4)。

D.2.7 对硝基苯酚指示剂 (1g/L)。

D.2.8 氢氧化钠溶液 (100g/L)。

D.2.9 硫酸根标准贮存溶液 1000  $\mu\text{g/mL}$ 。(可购买国家有证标准物质或标准贮存溶液)。

D.2.10 硫酸根标准溶液 A: 100  $\mu\text{g/mL}$ 。由硫酸根标准贮存溶液稀释可得。

D.2.11 硫酸根标准溶液 B: 10  $\mu\text{g/mL}$ 。由硫酸根标准溶液 A 稀释可得。

D.3 仪器设备

D.3.1 分光光度计。

D.3.2 电子分析天平。

D.3.3 加热板。

D.4 样品

取经干燥，不结块的电池级氟化锂样品，置于干燥器中保存待测。

D.5 分析步骤

D.5.1 试料

称取 5.0g 样品，精确至 0.0001g。

D.5.2 平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

## D.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

## D.5.4 测定

D.5.4.1 用 100mL 干燥聚四氟烧杯称取待测样品 5g (精确至 0.0001g)，用少量水冲洗杯壁，加入 50~60mL 水，置于电炉上加热保持微沸 10min 后取出，冷却至室温，转移至 100mL 塑料容量瓶，定容，摇匀，干过滤，得滤液 A。

D.5.4.2 从滤液 A 中分取 20mL 溶液到 50mL 容量瓶中，加入 1mL 盐酸 (D.2.4)，2mL 丙三醇溶液 (D.2.6)，7mL 氯化钡溶液 (D.2.5)，以水定容，摇匀，放置 10min。此溶液为 C。在分光光度计上，用水作参比，用 5cm 比色皿于波长 420nm 处测定 C 溶液的吸光度 A，在工作曲线上查出对应的硫酸根离子的浓度  $\rho_0$ 。

## D.6 工作曲线的绘制

D.6.1 分别移取硫酸根标准溶液 B (D.2.11) 0mL、2mL、4mL、6mL、8mL、10mL、20mL 于 100mL 烧杯中，加 1 滴对硝基苯酚指示剂 (D.2.7)，如无黄色，用氢氧化钠溶液 (D.2.8) 调至黄色。再用盐酸 (D.2.4) 调至无色，过量盐酸 (D.2.3) 1mL。

D.6.2 将调好的溶液 (D.6.1) 转移至系列 50mL 容量瓶中，加入 2mL 丙三醇溶液 (D.2.6)，7mL 氯化钡溶液 (D.2.4)，以水定容，摇匀，放置 10 分钟后上分光光度计测量 (波长 420nm，比色皿 5cm)。

D.6.3 以吸光度为横坐标，浓度为纵坐标绘制工作曲线。

## D.7 试验数据处理

元素含量以各元素的质量分数  $w_{SO_4^{2-}}$  计，数值以 % 表示，按式 (D.1) 计算：

$$w_{SO_4^{2-}} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1 \times 50 \times 10^{-6}}{m_0 \times 20} \times 100\% \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

$\rho_1$ ——从工作曲线所得硫酸根的浓度，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；

$\rho_0$ ——从工作曲线所得空白溶液中硫酸根的浓度，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。