

ICS 71.060.01  
G 10



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 19282—2014  
代替 GB/T 19282—2003

GB/T 19282—2014

## 六氟磷酸锂产品分析方法

Analytic method for lithium hexafluorophosphate

中华人民共和国  
国家标准  
六氟磷酸锂产品分析方法  
GB/T 19282—2014

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

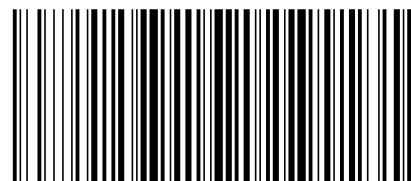
\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字  
2014年9月第一版 2014年9月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-50084 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 19282-2014

2014-09-03 发布

2015-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 19282—2003《六氟磷酸锂产品分析方法》，与 GB/T 19282—2003 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加鉴别试验 X 射线衍射法和红外光谱法(见 3.2)；
- 删除了六氟磷酸根的测定(见 2003 年版的 3.4)；
- 删除了锂含量的测定(见 2003 年版的 3.6)；
- 增加了氯离子含量的测定(见 3.4 和 3.5)；
- 增加了硫酸盐含量的测定(见 3.4 和 3.6)；
- 修改“二甲氧基乙烷(DME)不溶物的测定”为“碳酸二甲酯(DMC)不溶物的测定”(见 3.8，2003 年版 3.8)；
- 增加了游离酸含量的测定(见 3.9)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、天津金牛电源材料有限责任公司、多氟多化工股份有限公司、江苏九九久科技股份有限公司、赛默飞世尔科技(中国)有限公司、广东邦普循环科技有限公司、鹰鹏集团—鹰鹏化工有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心、青岛检验检疫技术发展中心。

本标准主要起草人：王彦、秘军林、杨华春、陆建兵、李仁勇、李长东、谢讯友、王妍、崔鹤。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 19282—2003。

### 3.9.3 仪器、设备

3.9.3.1 烧杯:聚乙烯或其他耐腐材质。

3.9.3.2 微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

### 3.9.4 分析步骤

减量法称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g,将样品迅速倒入已盛有 100 mL 冰水的烧杯中,摇动烧杯使试样快速溶解后加入 10 滴溴百里香酚蓝指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液快速滴定至浅蓝色(10 s 不褪色),即为终点,终点时溶液温度应仍保持 $\leq 4$  °C。

同时进行空白试验。空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

### 3.9.5 结果计算

游离酸含量以氢氟酸(HF)的质量分数  $w_5$  计,数值以 mg/kg 表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{(V - V_0)cM}{m \times 10^{-3}} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$V$  —— 滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$  —— 滴定空白试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$  —— 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$  —— 试料的质量的数值,单位为克(g);

$M$  —— 氢氟酸(HF)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=20.01$ )。

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与算术平均值之比不大于 2%。

## 六氟磷酸锂产品分析方法

**警告:**六氟磷酸锂暴露在潮湿空气中会迅速吸潮水解生成烟雾,其烟雾为氟化氢,具有腐蚀性。针对六氟磷酸锂的操作须在手套箱(要求露点 $\leq -40$  °C)或通风橱中进行。试验中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

### 1 范围

本标准规定了六氟磷酸锂产品的鉴别和相关理化指标的分析方法。

本标准适用于六氟磷酸锂产品。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 1 部分:标准滴定溶液的制备

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

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

### 3 分析方法

#### 3.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指优级纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的一级水。试验中所用化学分析用标准溶液、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 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

#### 3.2 鉴别试验

##### 3.2.1 拉曼光谱法

调整光源功率,待仪器稳定后,取适量试样迅速压入样品池中,将样品池放入样品腔支架上,对准光源,测定。被测样品的吸收峰强度应与谱图库中六氟磷酸锂相符。

##### 3.2.2 X 射线衍射法

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