

ICS 71.060.01
G 10



中华人民共和国国家标准

GB/T 19282—2003

GB/T 19282—2003

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—2003

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 14 千字

2004年2月第一版 2004年2月第一次印刷

印数 1—2 000

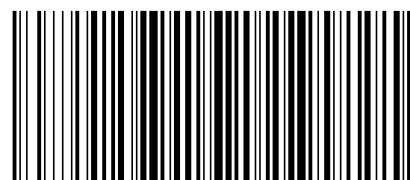
*

书号: 155066·1-20452 定价 10.00 元

网址 www.bzcb.com

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 19282—2003

2003-08-25 发布

2004-02-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中速定量滤纸过滤,再用约 50 mL DME 洗涤。将滤纸连同沉淀置于已于 800℃ 恒重的铂坩埚中,于 800℃ 下灼烧至恒重。冷却,称重。

3.8.5 结果计算

DME(二甲氧基乙烷)不溶物质量分数 w_4 ,数值以%表示,按下列公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——残渣质量的数值,单位为克(g);

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,平行测定结果的绝对差值不大于 0.04%。

前 言

本标准根据国内实际生产情况制定。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(CSBTS/TC 63/SC1)归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、中化标准化研究所、西安中富科技发展有限公司。

本标准主要起草人:李立、武山、王彦、陆思伟。

取两次测定结果的平均值为测定结果,平行测定结果之差不大于0.1%。

3.7 杂质金属离子的含量

3.7.1 方法提要

在酸性条件下,利用 ICP 发射光谱仪分别对钾、铝、钙、铁、镁、钠、锌进行测定。

3.7.2 试剂

3.7.2.1 盐酸溶液:1+9;

3.7.2.2 盐酸溶液:1+100;

3.7.2.3 盐酸溶液:1+1;

3.7.2.4 钾标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 0.955 g 于 500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钾(光谱纯),溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 此溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.7.2.5 铝标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 0.100 g 高纯金属铝,溶于盐酸中,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 此溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.7.2.6 钙标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 1.250 g 于 105℃~110℃干燥至恒重的碳酸钙(光谱纯),溶于 50 mL 盐酸溶液(3.7.2.1)中,加热,沸腾 2 min 除去二氧化碳,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 此溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

3.7.2.7 铁标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 0.100 0 g 高纯铁,加入 15 mL 盐酸溶解,滴加 2~3 滴过氧化氢,加热,将溶液蒸发至体积约为 10 mL。冷却后,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 此溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

3.7.2.8 镁标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 0.100 0 g 高纯镁,溶于 10 mL 盐酸溶液(3.7.2.2)中,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 此溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

3.7.2.9 钠标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 1.270 g 于 500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钠(光谱纯),溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 此溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

3.7.2.10 锌标准溶液:0.01 mg/mL。

称取 0.100 g 高纯金属锌,溶于盐酸中,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 此溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

3.7.2.11 碳酸锂溶液。

称取 9.75 g 碳酸锂(光谱纯),加入 50 mL 盐酸溶液(3.7.2.3)溶解,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

3.7.3 仪器、设备

3.7.3.1 铂坩埚;

3.7.3.2 ICP 发射光谱仪。

3.7.4 分析步骤

3.7.4.1 标准溶液的制备

于 3 个 100 mL 容量瓶中,按表 2 分别移取溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

六氟磷酸锂产品分析方法

1 范围

本标准规定了六氟磷酸锂产品中六氟磷酸锂的鉴别、六氟磷酸根、水分、锂含量、杂质金属离子、二甲氧基乙烷(DME)不溶物的测定的分析方法。

本标准适用于六氟磷酸锂产品中相关成分的分析。

分子式:LiPF₆。

相对分子质量:151.90(按 1999 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6283—1986 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(eqv ISO 760:1978)

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 试验方法

3.1 安全提示

本试验方法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。

3.2 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—1992 中规定的二级水。试验中所用标准滴定溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

3.3 鉴别试验

3.3.1 仪器、设备

3.3.1.1 拉曼光谱仪。

3.3.2 分析步骤

调整光源的功率(如:光源为 1 064 nm 近红外激光光源,则选定测定时光源功率为 100 nW),待仪器稳定后,取适量试样迅速压入金属样品池中(空气中水的质量分数大于 0.002%时,此操作在手套箱内进行),将金属样品池放入样品腔的支架上,对准光源,测定。

3.3.3 分析结果的判定

六氟磷酸锂试样的谱图应分别在 769 cm⁻¹、759 cm⁻¹、746 cm⁻¹、570 cm⁻¹、473 cm⁻¹ 附近出峰。

3.4 六氟磷酸根的测定