



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113955774 A

(43) 申请公布日 2022.01.21

(21) 申请号 202011013777.3

(22) 申请日 2020.09.24

(71) 申请人 中国科学院上海有机化学研究所
地址 200032 上海市徐汇区零陵路345号

(72) 发明人 肖吉昌 崔振华 宗国强 向绍基

(74) 专利代理机构 上海弼兴律师事务所 31283
代理人 王卫彬 刘奉丽

(51) Int.Cl.
C01D 15/04 (2006.01)

权利要求书2页 说明书8页

(54) 发明名称

一种核纯级氟化锂-7及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明公开了一种核纯级氟化锂-7及其制备方法和应用。核纯级氟化锂-7的制备方法包括下述步骤:在含核纯级一水合氢氧化锂-7与水的混合物中滴加电子级氢氟酸至pH值为4~8,继续混合反应,经陈化、过滤、干燥,即得核纯级氟化锂-7。该核纯级氟化锂-7可作为原料在钽基熔盐堆中的应用。本发明的核纯级氟化锂-7的制备方法流程简单、反应条件温和且收率高;制得的核纯级氟化锂-7纯度高,中子毒物少;母液可循环利用,实现“近零”排放,大大降低了生产成本;原料利用率高,效率高,产品质量稳定,综合生产成本低;并且避免了腐蚀设备的问题。

1. 一种核纯级氟化锂-7的制备方法,其特征在于,其包括下述步骤:

在含核纯级一水合氢氧化锂-7与水的混合物中滴加电子级氢氟酸至pH值为4~8,继续混合反应,经陈化、过滤、干燥,即得;

其中,所述混合物中所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1~1:2;所述电子级氢氟酸为UPSS级氢氟酸;所述电子级氢氟酸的体积浓度至少为40%;所述混合反应的温度为100~130℃;所述混合反应的时间至少为2小时。

2. 如权利要求1所述的核纯级氟化锂-7的制备方法,其特征在于,所述核纯级氟化锂-7的原料中不含除杂剂。

3. 如权利要求1所述的核纯级氟化锂-7的制备方法,其特征在于,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与所述水的质量比为1:1~1:1.2,较佳地为1:1。

4. 如权利要求1所述的核纯级氟化锂-7的制备方法,其特征在于,所述电子级氢氟酸商购自西格玛奥德里奇上海贸易有限公司;

和/或,所述电子级氢氟酸的体积浓度为40~50%;较佳地为46%~50%;更佳地为50%。

5. 如权利要求1所述的核纯级氟化锂-7的制备方法,其特征在于,所述pH值为7~8;较佳地为7;

和/或,所述混合反应的温度为120~130℃;较佳地为120℃;

和/或,所述混合反应的时间为2~5小时,较佳地为4~5小时,更佳地为5小时。

6. 如权利要求1所述的核纯级氟化锂-7的制备方法,其特征在于,所述陈化的时间至少为6小时;较佳地为6~10小时;更佳地为8~10小时;进一步更佳地为8小时。

7. 如权利要求1所述的核纯级氟化锂-7的制备方法,其特征在于,所述干燥的温度为100~180℃,较佳地为130~150℃,更佳地为130℃;

和/或,所述干燥的时间为10~20小时,较佳地为18~20小时,更佳地为18小时;

和/或,所述干燥后得到的固相含氧量小于2000ppm。

8. 如权利要求1所述的核纯级氟化锂-7的制备方法,其特征在于,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1、所述电子级氢氟酸的体积浓度为40%、所述pH值为4、所述混合反应的温度为100℃、所述混合反应的时间为2小时、所述陈化的时间为6小时、所述干燥的温度为100℃且所述干燥的时间为10小时;

和/或,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:2、所述电子级氢氟酸的体积浓度为50%、所述pH值为8、所述混合反应的温度为130℃、所述混合反应的时间为5小时、所述陈化的时间为10小时、所述干燥的温度为180℃且所述干燥的时间为20小时;

和/或,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1、所述电子级氢氟酸的体积浓度为46%、所述pH值为7、所述混合反应的温度为120℃、所述混合反应的时间为4小时、所述陈化的时间为8小时、所述干燥的温度为130℃且所述干燥的时间为18小时;

和/或,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1.2、所述电子级氢氟酸的体积浓度为50%、所述pH值为8、所述混合反应的温度为130℃、所述混合反应的时间为5小时、所述陈化的时间为10小时、所述干燥的温度为150℃且所述干燥的时间为20小时;

和/或,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1、所述电子级氢氟酸的体积浓度为50%、所述pH值为7、所述混合反应的温度为120℃、所述混合反应的时间为5小时、所

述陈化的时间为8小时、所述干燥的温度为130℃且所述干燥的时间为18小时。

9. 一种如权利要求1~8中任一项所述的核纯级氟化锂-7的制备方法制得的核纯级氟化锂-7。

10. 如权利要求9所述的核纯级氟化锂-7作为原料在钍基熔盐堆中的应用。

一种核纯级氟化锂-7及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种核纯级氟化锂-7及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 氟化物熔盐作为反应介质或冷却剂应用于中国科学院启动的钍基熔盐堆核能系统(TMSR)战略性先导专项研究的许多方面,⁷LiF-BeF₂熔盐可用作一回路的核燃料载体和二回路的冷却介质等,所以氟化锂-7是氟化物熔盐的关键原料之一。应用于核反应堆的氟化物盐对纯度要求很高,一些中子吸收截面大的金属杂质以及一些酸根离子在熔盐中都需严格限制。由于一些氧化物通常会与核燃料反应,生成UO₂或ThO₂,在堆内形成浆状物沉淀,造成堆运行不稳定甚至出现事故,熔盐中氧含量的控制就显得尤为重要。因此,在核纯级氟化锂-7的生产过程中,因原料价格昂贵不易得,要避免锂-6及其它杂质离子的引入,严格控制工艺路线,保证核纯级氟化锂-7较高的产率。

[0003] 现有技术中常选用碳酸锂作为生产氟化锂的原料,但该生产方法存在原料转化率低,干燥时易结团不利于烘干;造成产能较低、效率不高,溶液流通量大,成本高,反应收率低,产品质量不稳定,废水产生量大、处理费用高等缺陷。现有技术中,若采用无水氟化氢进行反应,则面临对设备的高腐蚀问题。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是为了克服现有氟化锂-7反应收率低、产品质量不稳定、废水产生量大、处理费用高的缺陷,而提供了一种氟化锂及其制备方法。

[0005] 本发明通过下述技术方案来解决上述技术问题:

[0006] 本发明提供一种核纯级氟化锂-7的制备方法,其包括下述步骤:

[0007] 在含核纯级一水合氢氧化锂-7与水的混合物中滴加电子级氢氟酸至pH值为4~8,继续混合反应,经陈化、过滤、干燥,即得;

[0008] 其中,所述混合物中所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1~1:2;所述电子级氢氟酸为UPSS级氢氟酸;所述电子级氢氟酸的体积浓度至少为40%;所述混合反应的温度为100~130℃;所述混合反应的时间至少为2小时。

[0009] 本发明中,所述电子级氢氟酸的体积浓度指作为所述混合反应的原料的电子级氢氟酸水溶液的体积浓度

[0010] 本发明中,所述的锂-7均指质量数为7的核素锂。

[0011] 本发明中,所述水可为本领域常规,例如去离子水。

[0012] 本发明中,较佳地,所述核纯级氟化锂-7的原料中不含除杂剂。若加入所述除杂剂,则会影响制得的所述核纯级氟化锂-7的纯度。

[0013] 其中,所述除杂剂可为本领域常规的除杂剂,例如草酸和EDTA的混合物。

[0014] 本发明中,较佳地,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与所述水的质量比为1:1~1:1.2,更佳地为1:1。

[0015] 本发明中,所述混合反应的操作可按照本领域常规,一般在搅拌的条件下进行混合反应。

[0016] 本发明中,所述电子级氢氟酸为本领域常规的UPSS级氢氟酸;较佳地,商购自西格玛奥德里奇(上海)贸易有限公司。

[0017] 本发明中,较佳地,所述电子级氢氟酸的体积浓度为40~50%;更佳地为46%~50%;进一步更佳地为50%。

[0018] 本发明中,较佳地,所述pH值为7~8,更佳地为7。

[0019] 本发明中,较佳地,所述混合反应的温度为120~130℃,更佳地为120℃。

[0020] 本发明中,较佳地,所述混合反应的时间为2~5小时,更佳地为4~5小时,进一步更佳地为5小时。

[0021] 本发明中,本领域技术人员均知晓按照陈化的效果选择合适的陈化时间,较佳地,所述陈化的时间至少为6小时;更佳地为6~10小时;进一步更佳地为8~10小时;再进一步更佳地为8小时。

[0022] 本发明中,所述过滤的操作可为本领域常规,一般还包括洗涤。

[0023] 其中,所述洗涤的溶剂可为本领域常规,较佳地为去离子水。

[0024] 本发明中,所述过滤和所述干燥的设备可按照本领域常规,例如市售的双锥形回转真空干燥器,所述双锥形回转真空干燥器表面涂覆有耐氟化氢腐蚀的特氟龙涂层。

[0025] 本发明中,本领域技术人员均知晓根据产物和设备选择合适的干燥的温度,较佳地,所述干燥的温度为100~180℃,更佳地为130~150℃,进一步更佳地为130℃。

[0026] 本发明中,本领域技术人员均知晓根据产物和设备选择合适的干燥的时间,较佳地,所述干燥的时间为10~20小时,更佳地为18~20小时,进一步更佳地为18小时。

[0027] 本发明中,较佳地,所述干燥后得到的固相含氧量小于2000ppm。

[0028] 在本发明的一实施例中,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1、所述电子级氢氟酸的体积浓度为40%、所述pH值为4、所述混合反应的温度为100℃、所述混合反应的时间为2小时、所述陈化的时间为6小时、所述干燥的温度为100℃且所述干燥的时间为10小时。

[0029] 在本发明的另一实施例中,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:2、所述电子级氢氟酸的体积浓度为50%、所述pH值为8、所述混合反应的温度为130℃、所述混合反应的时间为5小时、所述陈化的时间为10小时、所述干燥的温度为180℃且所述干燥的时间为20小时。

[0030] 在本发明的一较佳的实施例中,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1、所述电子级氢氟酸的体积浓度为46%、所述pH值为7、所述混合反应的温度为120℃、所述混合反应的时间为4小时、所述陈化的时间为8小时、所述干燥的温度为130℃且所述干燥的时间为18小时。

[0031] 在本发明的另一较佳的实施例中,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1.2、所述电子级氢氟酸的体积浓度为50%、所述pH值为8、所述混合反应的温度为130℃、所述混合反应的时间为5小时、所述陈化的时间为10小时、所述干燥的温度为150℃且所述干燥的时间为20小时。

[0032] 在本发明的一更佳的实施例中,所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:

1、所述电子级氢氟酸的体积浓度为50%、所述pH值为7、所述混合反应的温度为120℃、所述混合反应的时间为5小时、所述陈化的时间为8小时、所述干燥的温度为130℃且所述干燥的时间为18小时。

[0033] 本发明还提供一种由上述制备方法制得的核纯级氟化锂-7。

[0034] 本发明还提供一种如上所述的核纯级氟化锂-7作为原料在钍基熔盐堆中的应用。

[0035] 本发明中,所述钍基熔盐堆可为本领域常规的钍基熔盐堆,指钍基熔盐堆核能系统(Thorium Molten Salt Reactor Nuclear Energy System,TMSR)中的钍基熔盐堆,例如MSRE熔盐堆。

[0036] 在符合本领域常识的基础上,上述各优选条件,可任意组合,即得本发明各较佳实例。

[0037] 本发明所用试剂和原料均市售可得。

[0038] 本发明的积极进步效果在于:

[0039] 1. 本发明的核纯级氟化锂-7的制备方法流程简单、反应条件温和且收率高。

[0040] 2. 本发明的核纯级氟化锂-7的制备方法制得的核纯级氟化锂-7纯度高,中子毒物少。

[0041] 3. 本发明的核纯级氟化锂-7的制备方法的母液可循环利用,实现“近零”排放,大大降低了生产成本。

[0042] 4. 本发明的核纯级氟化锂-7的制备方法的原料利用率高,效率高,产品质量稳定,综合生产成本低。

[0043] 5. 本发明的核纯级氟化锂-7的制备方法避免了腐蚀设备的问题。

具体实施方式

[0044] 下面通过实施例的方式进一步说明本发明,但并不因此将本发明限制在所述的实施例范围之中。下列实施例中未注明具体条件的实验方法,按照常规方法和条件,或按照商品说明书选择。

[0045] 下述实施例与对比例中,电子级氢氟酸(UPSS级)商购自西格玛奥德里奇(上海)贸易有限公司。核纯级氢氧化锂-7市售可得。

[0046] 实施例1

[0047] 在含核纯级一水合氢氧化锂-7与去离子水的混合物中滴加电子级氢氟酸至pH值为4,继续混合反应,经陈化、过滤、干燥,即得核纯级氟化锂-7;

[0048] 其中,混合物中所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1;电子级氢氟酸的体积浓度为40%;混合反应的温度为100℃;混合反应的时间为2小时;陈化的时间为6小时;过滤和干燥的设备均为双锥形回转真空干燥器;过滤是使用的洗涤溶剂为去离子水;干燥的温度为100℃且干燥的时间为10小时。

[0049] 干燥后的核纯级氟化锂-7的含氧量小于2000ppm。

[0050] 本实施例中制得的核纯级氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0051] 实施例2

[0052] 在含核纯级一水合氢氧化锂-7与去离子水的混合物中滴加电子级氢氟酸至pH值为8,继续混合反应,经陈化、过滤、干燥,即得核纯级氟化锂-7;

[0053] 其中,混合物中所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:2;电子级氢氟酸的体积浓度为50%;混合反应的温度为130℃;混合反应的时间为5小时;陈化的时间为10小时;过滤和干燥的设备均为双锥形回转真空干燥器;过滤是使用的洗涤溶剂为去离子水;干燥的温度为180℃且干燥的时间为20小时。

[0054] 干燥后的核纯级氟化锂-7的含氧量小于2000ppm。

[0055] 本实施例中制得的核纯级氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0056] 实施例3

[0057] 在含核纯级一水合氢氧化锂-7与去离子水的混合物中滴加电子级氢氟酸至pH值为7,继续混合反应,经陈化、过滤、干燥,即得核纯级氟化锂-7;

[0058] 其中,混合物中所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1;电子级氢氟酸的体积浓度为46%;混合反应的温度为120℃;混合反应的时间为4小时;陈化的时间为8小时;过滤和干燥的设备均为双锥形回转真空干燥器;过滤是使用的洗涤溶剂为去离子水;干燥的温度为130℃且干燥的时间为18小时。

[0059] 干燥后的核纯级氟化锂-7的含氧量小于2000ppm。

[0060] 本实施例中制得的核纯级氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0061] 实施例4

[0062] 在含核纯级一水合氢氧化锂-7与去离子水的混合物中滴加电子级氢氟酸至pH值为8,继续混合反应,经陈化、过滤、干燥,即得核纯级氟化锂-7;

[0063] 其中,混合物中所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1.2;电子级氢氟酸的体积浓度为50%;混合反应的温度为130℃;混合反应的时间为5小时;陈化的时间为10小时;过滤和干燥的设备均为双锥形回转真空干燥器;过滤是使用的洗涤溶剂为去离子水;干燥的温度为150℃且干燥的时间为20小时。

[0064] 干燥后的核纯级氟化锂-7的含氧量小于2000ppm。

[0065] 本实施例中制得的核纯级氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0066] 实施例5

[0067] 在含核纯级一水合氢氧化锂-7与去离子水的混合物中滴加电子级氢氟酸至pH值为7,继续混合反应,经陈化、过滤、干燥,即得核纯级氟化锂-7;

[0068] 其中,混合物中所述核纯级一水合氢氧化锂-7与水的质量比为1:1;电子级氢氟酸的体积浓度为50%;混合反应的温度为120℃;混合反应的时间为5小时;陈化的时间为8小时;过滤和干燥的设备均为双锥形回转真空干燥器;过滤是使用的洗涤溶剂为去离子水;干燥的温度为130℃且干燥的时间为18小时。

[0069] 干燥后的核纯级氟化锂-7的含氧量小于2000ppm。

[0070] 本实施例中制得的核纯级氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0071] 对比例1

[0072] 按照实施例1的方法制得用于钽基熔盐堆的核纯级氟化锂-7,所不同的是核纯级一水合氢氧化锂-7与去离子水按照质量比为1:0.8的比例混合。

[0073] 本对比例中产品氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0074] 对比例2

[0075] 按照实施例1的方法制得用于钽基熔盐堆的核纯级氟化锂-7,所不同的是核纯级

一水合氢氧化锂-7与去离子水按照质量比为1:3的比例混合。

[0076] 本对比例中产品氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0077] 对比例3

[0078] 按照实施例1的方法制得用于钽基熔盐堆的核纯级氟化锂-7,所不同的是向氢氧化锂-7浆料滴加35%电子级氢氟酸。

[0079] 本对比例中产品氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0080] 对比例4

[0081] 按照实施例1的方法制得用于钽基熔盐堆的核纯级氟化锂-7,所不同的是调节混合浆料pH至3。

[0082] 本对比例中产品氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0083] 对比例5

[0084] 按照实施例1的方法制得用于钽基熔盐堆的核纯级氟化锂-7,所不同的是调节混合浆料pH至9。

[0085] 本对比例中产品氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0086] 对比例6

[0087] 按照实施例1的方法制得用于钽基熔盐堆的核纯级氟化锂-7,所不同的是反应的时间为1.5小时。

[0088] 本对比例中产品氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0089] 对比例7

[0090] 按照实施例2的方法制得用于钽基熔盐堆的核纯级氟化锂-7,所不同的是干燥的时间为9小时。

[0091] 本对比例中产品氟化锂-7的总纯度、氧含量、收率的参数请见表2。

[0092] 效果实施例1

[0093] 对实施例1~5和对比例1~7所得的核纯级氟化锂-7,分别进行以下项目的检测,用来评价核纯级氟化锂-7的质量。

[0094] (1) Li含量测试的方法为磷酸胆碱重量法。

[0095] 磷酸胆碱重量法:将制得的核纯级氟化锂-7经浓硫酸消解、彻底赶酸后定容,即得待测液。按表1用量比取适量待测液加入磷酸胆碱溶液得混合溶液,将混合溶液于电磁加热器120℃加热,待出现沉淀1小时候加入与混合溶液等体积的50%异丙醇,继续搅拌2小时,沉淀热过滤,用50%异丙醇转移清洗,于500℃灼烧至恒重,计算锂的含量。

[0096] 其中:

[0097] 磷酸胆碱溶液:4.5mL体积浓度为85%的磷酸与100mL体积浓度约为23%的胆碱水溶液的混合溶液;

[0098] 50%异丙醇:100mL异丙醇加入等体积水稀释,即体积浓度为50%的异丙醇洗液。

[0099] 表1待测液与磷酸胆碱溶液的用量

[0100]

待测液中锂的含量 (mg)	磷酸胆碱用量 (mL)
Li < 50	8
50 < Li < 150	16
> 150	25

[0101] (2) Li-7同位素丰度测试、稀土元素测试、杂质阳离子元素测试的方法为电感耦合等离子体质谱法;使用的仪器为电感耦合等离子质谱仪(HR-ICP-MS);仪器的规格型号为NexION 300D;仪器的生产厂家为美国PerkinElmer公司。

[0102] (3) 含氧量的测试的方法为氧分析仪法;使用的仪器为氧分析仪;仪器的规格型号为LECO 0836;仪器的生产厂家为美国LECO公司。

[0103] (4) 水分含量的测试按照标准GB/T 22660.2-2008,其方法为重量法。

[0104] (5) 杂质阴离子测试的方法为离子色谱法;使用的仪器为离子色谱仪;仪器的规格型号为ICS-2100;仪器生产厂家为美国戴安公司。

[0105] 由上述(1)~(5)的检测含量计算得到各实施例1~5和对比例1~7所得的核纯级氟化锂-7的总纯度。

[0106] 对实施例1~5和对比例1~7所得的核纯级氟化锂-7的总纯度、氧含量及收率测定,结果如表2所示:

[0107] 表2实施例1~5和对比例1~7所得的核纯级氟化锂-7的总纯度、氧含量及收率

	总纯度 (%)	氧含量 (wt%)	收率 (%)
[0108] 实施例 1	99.69	0.194	98.4
实施例 2	99.65	0.187	98.2
实施例 3	99.78	0.171	99.1
实施例 4	99.81	0.166	98.8
实施例 5	99.87	0.119	99.8
[0109] 对比例 1	98.03	0.593	90.4
对比例 2	99.55	0.190	87.6
对比例 3	99.47	0.195	86.1
对比例 4	99.42	0.196	83.5
对比例 5	98.75	0.843	90.9
对比例 6	98.60	1.081	89.7
对比例 7	97.20	1.569	87.5

[0110] 根据表2的结果可知,本发明的核纯级氟化锂-7的制备方法制得的核纯级氟化锂-7兼具纯度高、氧含量低和收率高的优点。若要同时兼具纯度高、氧含量低和收率高,需要上述各技术特征之间的相互配合。

[0111] 例如对比例1中,氢氧化锂-7与水的质量比为1:0.8,水的含量过少,使制得的氟化锂-7含氧量过高。对比例2中,氢氧化锂-7与水的质量比为1:3,水的含量过多,影响制得的

氟化锂-7的收率。

[0112] 对比例3中,氢氟酸的体积浓度过低,影响制得的氟化锂-7的收率。

[0113] 对比例4中,反应的pH值过低,影响制得的氟化锂-7的收率。对比例5中,反应的pH值过高,使制得的氟化锂-7含氧量过高。

[0114] 对比例6中,反应时间过短,原料转化率低,使制得的氟化锂-7含氧量过高。

[0115] 对比例7中,干燥的时间过短,使制得的氟化锂-7含氧量过高。若干燥的时间过长,则增加生产能耗及成本,同时也降低生产效率。

[0116] 此外,干燥的温度不能高于180℃,若温度过高,设备因无法承受过高的温度而产生破损,影响最终的产品质量。

[0117] 陈化的时间低于6h,晶粒太小,增加后续操作难度;陈化的时间过长,降低生产效率。

[0118] 若反应的温度过低,转化所需时间过长,生产效率降低,温度过高,能耗增加,生产成本增加。

[0119] 效果实施例2

[0120] 对实施例1所得的核纯级氟化锂-7,分别进行以下项目的检测,用来评价所得核纯级氟化锂-7的质量,结果如表3~6所示。

[0121] (1) Li含量测试的方法为磷酸胆碱重量法。(2) Li-7同位素丰度测试、稀土元素测试、杂质阳离子元素测试的方法为电感耦合等离子体质谱法;使用的仪器为电感耦合等离子质谱仪(HR-ICP-MS);仪器的规格型号为NexION 300D;仪器的生产厂家为美国PerkinElmer公司。

[0122] (3) 含氧量的测试的方法为氧分析仪法;使用的仪器为氧分析仪;仪器的规格型号为LECO 0836;仪器的生产厂家为美国LECO公司。

[0123] (4) 水分含量的测试按照标准GB/T 22660.2-2008,其方法为重量法。

[0124] (5) 杂质阴离子测试的方法为离子色谱法;使用的仪器为离子色谱仪;仪器的规格型号为ICS-2100;仪器生产厂家为美国戴安公司。本效果实施例中的标准为依据橡树岭熔盐堆对初始原料氟化盐中的杂质的允许含量指标,其中,稀土杂质允许含量指标为所有稀土元素含量总量不得超过0.001wt%。

[0125] 表3Li-7同位素丰度、Li含量和含氧量

项目	Li-7 丰度		Li wt%	O wt%	水分 wt%	
	检测	标准			检测	标准
检测/标准值	99.961%	≥99.95%	26.92	0.194	0.029	<2000 ppm

[0127] 表4稀土元素含量(单位:ppm)

	元素	含量	元素	含量
	Y	ND	Tb	ND
[0128]	La	ND	Dy	ND
	Ce	ND	Ho	ND
	Pr	ND	Er	ND
	Nd	ND	Tm	ND
[0129]	Sm	ND	Yb	0.02
	Eu	ND	Lu	ND
	Gd	ND	/	/

[0130] 上表中“ND”表示含量过低,超出仪器检测范围。

[0131] 表5其他杂质元素含量(单位:ppm)

元素	含量		元素	含量		元素	含量	
	检测	标准		检测	标准		检测	标准
K	23.8	100	Mg	< 1.	100	Zn	< 1.0	10
Ca	2.3	100	Ba	1.1	50	Cd	< 0.5	10
Si	39.8	100	Ti	< 1.0	50	Hf	< 1.0	1
[0132] Mn	< 1.0	20	Al	52.5	150	Sn	< 1.0	50
Fe	7.3	100	Cr	< 1.0	25	Pb	< 5.0	20
Co	< 1.0	5	Mo	< 1.0	5	B	< 1.0	5
V	< 1.0	20	W	< 2.0	30	Ag	< 5.0	5
Ni	< 1.0	25	Cu	< 1.0	50	/	/	/
Hg	< 1.0	1	Na	< 10.0	500	/	/	/

[0133] 表6阴离子杂质含量(单位:ppm)

[0134] 无机阴离子	Cl ⁻	NO ³⁻	SO ₄ ²⁻	PO ₄ ³⁻
检测值	<20	23.5	56.9	8
标准值	150	50	100	10

[0135] 综合上述表3~6可知,实施例1制得的核纯级氟化锂-7的Li-7同位素丰度、含氧量和各杂质含量均符合橡树岭熔盐堆对初始原料氟化盐中的杂质的允许含量指标。