



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107344726 A

(43)申请公布日 2017. 11. 14

(21)申请号 201610298182.4

(22)申请日 2016.05.06

(71)申请人 中国科学院上海应用物理研究所
地址 201800 上海市嘉定区宝嘉公路2019号

(72)发明人 谢梦雅 谢雷东 张国欣 朱国平
李明广 葛敏

(74)专利代理机构 上海弼兴律师事务所 31283
代理人 薛琦 张佑颖

(51)Int.Cl.
C01F 3/00(2006.01)

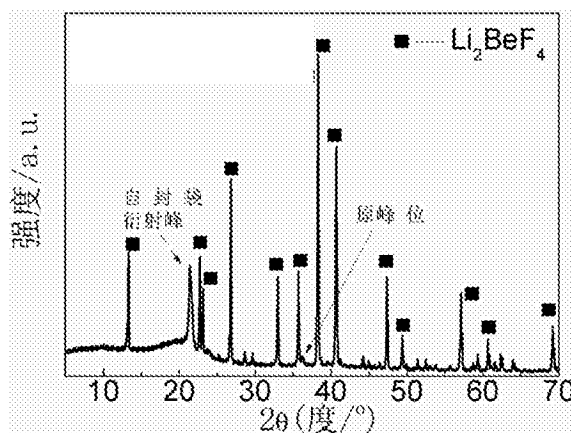
权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54)发明名称

Li₂BeF₄熔盐的脱氧脱硫的工艺方法及制得的熔盐

(57)摘要

本发明公开了一种Li₂BeF₄熔盐的脱氧脱硫的工艺方法及制得的熔盐。其包括下述步骤：在真空条件下，在碳坩埚中，原料Li₂BeF₄熔盐在熔融状态下保温至少2小时后，冷却即可；原料Li₂BeF₄熔盐中含有(NH₄)₂BeF₄，(NH₄)₂BeF₄的含量为2~10wt%。本发明脱氧脱硫的工艺方法设备简单，条件易控，节约时间，只需在熔融状态下保温，就可以明显降低熔盐中的氧元素和硫元素，脱氧脱硫后的Li₂BeF₄熔盐的氧元素含量可降至300~600ppm，硫元素含量可降至<15ppm，甚至未检出。而且氧元素和硫元素以气体形式去除，不积存，利于工业化生产。



1. 一种 Li_2BeF_4 熔盐脱氧脱硫的工艺方法,其特征在于,其包括下述步骤:在真空条件下,在碳坩埚中,原料 Li_2BeF_4 熔盐在熔融状态下保温至少2小时后,冷却即可;

其中,所述原料 Li_2BeF_4 熔盐中含有 $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$,所述 $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ 的含量为2~10wt%。

2. 如权利要求1所述的工艺方法,其特征在于,所述 $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ 的含量为3~5wt%。

3. 如权利要求1或2所述的工艺方法,其特征在于,所述真空条件的压力为 $1 \times 10^{-12} \sim 1 \times 10^{-3} \text{mmHg}$,较佳地为 $1 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^{-3} \text{mmHg}$ 。

4. 如权利要求1或2所述的工艺方法,其特征在于,所述原料 Li_2BeF_4 熔盐中,初始氧含量为<3200ppm,初始硫元素含量为<300ppm。

5. 如权利要求1或2所述的工艺方法,其特征在于,所述碳坩埚选自石墨坩埚、碳-碳复合材料坩埚或碳纤维坩埚;所述石墨坩埚的材质较佳地为高纯石墨。

6. 如权利要求1或2所述的工艺方法,其特征在于,通过所述碳坩埚渗入进体系中的碳元素的密度为 $1.7 \sim 1.9 \text{g/cm}^3$;

和/或,通过所述碳坩埚引入的碳元素的粒径为1~100nm。

7. 如权利要求1或2所述的工艺方法,其特征在于,在所述的脱氧脱硫的工艺方法中,将所述原料 Li_2BeF_4 熔盐升温至所述熔融状态,所述升温的速率较佳地控制在 $5 \sim 15^\circ\text{C}/\text{min}$ 的范围内;

和/或,所述冷却的速率控制在 $5 \sim 15^\circ\text{C}/\text{min}$ 的范围内。

8. 如权利要求1或2所述的工艺方法,其特征在于,所述保温的温度为 $459 \sim 700^\circ\text{C}$,较佳地为 $620 \sim 680^\circ\text{C}$;

和/或,所述保温的时间为2~12小时,较佳地为3~8小时。

9. 如权利要求1或2所述的工艺方法,其特征在于,将所述脱氧脱硫的工艺方法制得的脱氧脱硫后的 Li_2BeF_4 熔盐,在熔融状态下,通入氢气脱除所述脱氧脱硫的工艺方法中引入的碳。

10. 一种如权利要求1~9任一项所述的工艺方法制得的脱氧脱硫后的 Li_2BeF_4 熔盐,其中,氧元素含量为300~600ppm,硫元素含量为<15ppm。

Li₂BeF₄熔盐的脱氧脱硫的工艺方法及制得的熔盐

技术领域

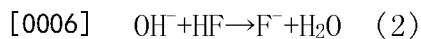
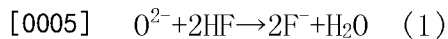
[0001] 本发明涉及一种Li₂BeF₄熔盐的脱氧脱硫的工艺方法及制得的熔盐。

背景技术

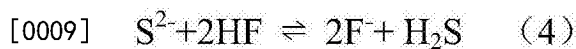
[0002] 熔盐,也就是盐类熔化后形成的熔融体或冷却后形成的固体。通常,在高温状态下,将熔盐称之为熔体,而在低温凝固态时,则将其称之为固溶体。

[0003] 二元混合熔盐LiF-BeF₂(Li₂BeF₄)由于其具有较高的热导率、高比热、较小的中子俘获面积、化学性质稳定等优异的物理化学性质被用于熔盐堆冷却剂。但Li₂BeF₄熔盐中的杂质会导致熔盐堆中燃料溶解度降低和分布不均、热物理性能下降及材料的腐蚀性增强等缺陷。例如杂质氧元素(熔盐中氧元素主要以O²⁻或OH⁻等形式存在)超过限量值,不仅会导致设备腐蚀,而且还会生成氧化物沉淀,进而影响熔盐堆的安全稳定运行;杂质硫元素(熔盐中的硫元素主要以硫酸根的存在形式,最难去除)在高温时会对镍基合金造成腐蚀。因此为保证熔盐堆的安全稳定运行,必须将Li₂BeF₄熔盐中的杂质含量控制在一定的范围内,尤其是氧元素和硫元素的含量。

[0004] 目前,针对Li₂BeF₄熔盐脱硫脱氧的方法报道主要是HF-H₂鼓泡法,美国橡树岭实验室在20世纪60年代开展了许多实验以去除熔盐中的杂质,他们耗时500h使用HF-H₂法去除了熔盐中1025ppm的氧。2004年,Kyushu大学的S.Fukada等人使用HF-H₂法使Li₂BeF₄中的氧含量从2280ppm降至607ppm,耗时8天;2006年,Idaho国家实验室的研究人员也是使用此种方法将FLiBe熔盐中氧含量从5760ppm降至560ppm。Li₂BeF₄熔盐反应脱除的氧元素通过水蒸气的形式去除。其反应机理如下:



[0007] Li₂BeF₄熔盐中的硫酸根也主要通过HF-H₂鼓泡法去除,其中,硫酸根可被H₂还原成硫离子,硫离子再与HF反应以H₂S的形式挥发去除。其反应机理如下:



[0010] 但是上述工艺采用H₂,其易燃易爆,H₂与空气混合容易形成爆炸性混合物,在空气中最小的点火能为0.019mJ,一般撞击、摩擦、不同电位之间的放电、各种爆炸材料的引燃、明火、热气流、高温烟气、雷电感应、点超辐射等都可点燃氢-空气混合物;而且空气中高浓度H₂易造成缺氧,会使人窒息,由此可见,其可能造成的危害性极大,存在安全隐患。另外,HF作为一种强腐蚀性物质,在使用过程中要避免操作人员接触,而且HF的沸点为19.5℃,而且氟化氢通常是以气液混合态的形式存在,因此在实际过程中容易在管路中积液,造成流量波动和气体流动不畅通。此外,采用该方法时,工艺控制较为严格(如对HF/H₂工艺过程与反应终点监控方面)、尾气采样困难(需要冷阱冷凝含HF气体,冷阱需专门定制),对体系的气密性有着严格要求(如0.5h压力传感器上的压降小于1%),尾气的排放需对HF与H₂进行特殊处理,如HF需要碱液吸收,H₂需要回火器等等。上述诸多方面的问题,可能造成的危害

性很大,对设备的要求极为严格,极大地增大了HF-H₂鼓泡法的应用难度,不易于工业化生产。因此,对于Li₂BeF₄的二元混合熔盐而言,开发一种脱硫脱氧效率高、安全可靠、简单易操作、利于工业化生产的脱氧脱硫的工艺方法是亟待解决的问题。

发明内容

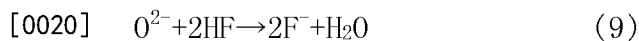
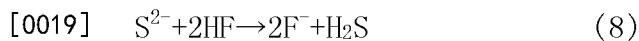
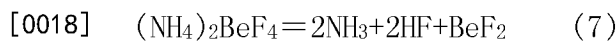
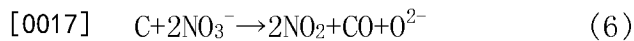
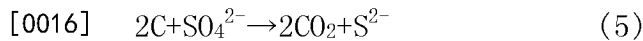
[0011] 本发明所解决的技术问题是克服了现有技术中熔盐体系中采用HF-H₂鼓泡法时,工艺控制严格、存在安全隐患、不利于工业化生产的缺陷,提供了一种Li₂BeF₄熔盐的脱氧脱硫的工艺方法及制得的熔盐。本发明脱氧脱硫的工艺方法设备简单,条件易控,节约时间,只需在熔融状态下保温,就可以明显降低原料Li₂BeF₄熔盐中的氧元素和硫元素,脱氧脱硫后的Li₂BeF₄熔盐的氧元素含量可降至300~600ppm,硫元素含量可降至<15ppm,甚至未检出。而且氧元素和硫元素以气体形式去除,不积存,利于工业化生产。在一优选的实施例中,本发明的脱氧脱硫工艺中,无需通入气体,即可实现氧元素和硫元素明显降低。

[0012] 本发明通过以下技术方案解决上述技术问题。

[0013] 本发明提供了一种Li₂BeF₄熔盐脱氧脱硫的工艺方法,其包括下述步骤:在真空条件下,在碳坩埚中,原料Li₂BeF₄熔盐在熔融状态下保温至少2小时后,冷却即可;

[0014] 其中,所述原料Li₂BeF₄熔盐中含有(NH₄)₂BeF₄,所述(NH₄)₂BeF₄的含量为2~10wt%。

[0015] 本发明中,将石墨坩埚直接应用于原料Li₂BeF₄熔盐的脱氧脱硫工艺中,渗入进体系中的碳元素先将硫酸根、硝酸根等物质还原成硫化物氧化物;由于熔盐中固有的少量杂质(NH₄)₂BeF₄在高温下分解出HF和NH₃,先前的还原产物硫化物、氧化物再与分解气体HF(气体在熔盐中具有一定程度的溶解性,所以HF会溶解于Li₂BeF₄熔盐中)反应,分别生成H₂S和H₂O,进而除去熔盐中存在的氧元素和硫元素。本发明技术方案的反应机理如下:



[0021] 本发明中,在所述脱氧脱硫的工艺中,无需通入气体,即可实现氧元素和硫元素明显降低。

[0022] 本发明中,在脱氧脱硫的工艺方法中采用真空体系,既能实现碳还原所产生的气相的氧化物脱除,又能便于原料中杂质因高温分解成气相物质而脱除。

[0023] 本发明中,所述真空条件的压力为本领域常规,一般为小于常压(760mmHg),较佳地为 $1 \times 10^{-12} \sim 1 \times 10^{-3}$ mmHg,更佳地为 $1 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^{-3}$ mmHg。

[0024] 本发明中,所述原料Li₂BeF₄熔盐是通过本领域常规方法制得的,一般由(NH₄)₂BeF₄与LiF反应制得,其中N元素是以NH₄⁺形式存在,在Li₂BeF₄熔盐合成完毕时,原料(NH₄)₂BeF₄有剩余。所述原料Li₂BeF₄熔盐较佳地为购于上海飞星特种陶瓷厂市售的Li₂BeF₄熔盐。所述原料Li₂BeF₄熔盐在熔融状态下,密度一般为1.8~2.0g/cm³。根据本领域常识,市售原料Li₂BeF₄熔盐一般为熔盐固溶体。

[0025] 本发明中,所述原料Li₂BeF₄熔盐中,初始氧含量较佳地为<3200ppm,初始硫元素

含量较佳地为<300ppm。

[0026] 本发明中,所述碳坩埚一般是指坩埚的构成元素为碳元素,但不限定碳元素的晶体形式,其碳元素含量>99%,较佳地选自石墨坩埚、碳-碳复合材料坩埚或碳纤维坩埚。所述石墨坩埚的材质较佳地为高纯石墨。根据本领域常识,所述高纯石墨是指石墨的含碳量>99.99%。在高温真空环境下,所述碳坩埚中微小的碳元素游离进入到熔盐中的同时,并均匀分布于熔盐中,渗入进体系中的碳元素的密度较佳地为 $1.7\sim 1.9\text{g}/\text{cm}^3$ 。通过所述碳坩埚引入的碳元素的粒径可为原子级~百纳米级,一般为500nm以下,较佳地为 $1\sim 100\text{nm}$ 。碳元素的浓度一般为 $100\sim 1000\text{ppm}$ 。

[0027] 本发明中,在所述的脱氧脱硫的工艺方法中,较佳地,将所述原料 Li_2BeF_4 熔盐升温至所述熔融状态。所述升温的速率为本领域常规,较佳地控制在 $5\sim 15^\circ\text{C}/\text{min}$ 的范围内。

[0028] 本发明中,所述保温的温度为本领域常规使 Li_2BeF_4 熔盐熔融的温度,较佳地为 $459\sim 700^\circ\text{C}$,更佳地为 $620\sim 680^\circ\text{C}$,最佳地为 650°C 。

[0029] 本发明中,为确保产生的气相易于从熔盐中逸出,所述保温的时间越长越好,考虑到时间、人力等成本,较佳地为 $2\sim 12$ 小时,更佳地为 $3\sim 8$ 小时。

[0030] 本发明中,所述冷却的速率为本领域常规,较佳地控制在 $5\sim 15^\circ\text{C}/\text{min}$ 的范围内。

[0031] 本发明中,所述 $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ 的含量较佳地为 $3\sim 5\text{wt}\%$ 。所述 $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ 的定量检测方法为本领域常规,一般为采用XRD定量分析法(即基体冲洗法)。

[0032] 较佳地,将所述脱氧脱硫的工艺方法制得的脱氧脱硫后的 Li_2BeF_4 熔盐,在熔融状态下,通入氢气脱除所述脱氧脱硫的工艺方法中引入的碳。

[0033] 本发明还提供了一种由上述工艺方法制得的脱氧脱硫后的 Li_2BeF_4 熔盐,其中,氧元素含量为 $300\sim 600\text{ppm}$,硫元素含量为 $<15\text{ppm}$ 。

[0034] 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。

[0035] 本发明所用原料均市售可得。

[0036] 本发明的积极进步效果在于:

[0037] 本发明脱氧脱硫的工艺方法设备简单,条件易控,节约时间,只需在熔融状态下保温,就可以明显降低原料 Li_2BeF_4 熔盐中的氧元素和硫元素,脱氧脱硫后的 Li_2BeF_4 熔盐的氧元素含量可降至 $300\sim 600\text{ppm}$,硫元素含量可降至 $<15\text{ppm}$,甚至未检出。而且氧元素和硫元素以气体形式去除,不积存,利于工业化生产。在一优选的实施例中,本发明的脱氧脱硫工艺中,无需通入气体,即可实现氧元素和硫元素明显降低。

附图说明

[0038] 图1为本发明实施例1的 Li_2BeF_4 熔盐图片,其中,图A为未经碳处理的 Li_2BeF_4 熔盐,图B为经碳处理后的 Li_2BeF_4 熔盐。

[0039] 图2为本发明实施例1的原料 Li_2BeF_4 熔盐处理前的XRD分析图。

[0040] 图3为本发明实施例1的原料 Li_2BeF_4 熔盐处理后的XRD分析图。

具体实施方式

[0041] 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。

[0042] 离子色谱仪,热电公司(原戴安公司),型号:ICS-2100;测试标准参考GBT 31197-2014无机化工产品杂质阴离子的测定离子色谱法。

[0043] 氧氮氢分析仪,美国力克公司(LECO),型号:TCH-600;测试标准参考:GB/T11261-2006钢铁氧含量的测定;脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法。

[0044] XRD型号: PANalytical公司型号: X'PERT POWDER DY: DY3614;铜靶X光管、电压: 40kV、电流: 40mA。

[0045] XRD定性测试标准:每一种结晶物质都有其特定的晶体结构参数,且由粉末衍射标准联合委员会(The Joint Committee on Powder Diffraction Standards,简称JCPDS)编辑出版的一套粉末衍射数据卡片,定性分析就是把测得的衍射峰位(相对应于晶面间距d值)和衍射峰强度与标准JCPDS卡片相对比,以确定材料中所含有的组分。

[0046] XRD定量测试标准:原理来自于衍射线强度理论-多相混合物中某一物相的衍射线强度,随着物相的相对含量增加而增强。衍射峰强度与其相对含量成曲线关系。以测得的强度计算相的相对含量。本实验采用的是基体冲洗法,即试样中加入已知含量的标准物相s(内标物),由未知相x与已知相s的强度比 I_x/I_s ,可求未知相x的含量。

[0047] $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ 的定量检测方法为采用XRD定量分析法(即基体冲洗法)。

[0048] 下述实施例中采用的原料 Li_2BeF_4 熔盐均为购于上海飞星特种陶瓷厂市售的 Li_2BeF_4 熔盐($\text{LiF}-\text{BeF}_2$ 的摩尔比为66:34),其密度计算公式为 $\rho=2.280-0.000488\times T(^{\circ}\text{C})$ g/cm^3 ,在459~700 $^{\circ}\text{C}$ 时,其密度为1.8~2.0 g/cm^3 。

[0049] 实施例1~6通过碳坩埚引入的碳元素粒径可为原子级~百纳米级,一般为500nm以下;碳元素的浓度通过保温的时间进行控制,一般为100~1000ppm;渗入进体系中的碳元素的密度较佳地为1.7~1.9 g/cm^3 。

[0050] 实施例1

[0051] 在真空条件下(1×10^{-3} mmHg),将原料 Li_2BeF_4 熔盐置于石墨坩埚(石墨坩埚的材质为高纯石墨)内,以速率5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至650 $^{\circ}\text{C}$,直至物料完全熔融,保温3h,以速率5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 冷却至室温,即可。

[0052] 其中,原料 Li_2BeF_4 熔盐中, $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ 的含量为3wt%。

[0053] 在熔融状态下,可通入氢气脱除脱氧脱硫后的 Li_2BeF_4 熔盐中引入的碳。

[0054] 图1为本发明实施例1的 Li_2BeF_4 熔盐图片,其中,图A为未经碳处理的 Li_2BeF_4 熔盐,呈纯白色块状晶体,图B为经碳处理后的 Li_2BeF_4 熔盐,为浅灰色块状晶体。

[0055] 实施例2

[0056] 在真空条件下(3×10^{-8} mmHg),将原料 Li_2BeF_4 熔盐置于碳纤维坩埚内,以速率8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至480 $^{\circ}\text{C}$,直至物料完全熔融,保温8h,以速率10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 冷却至室温,即可。

[0057] 其中,原料 Li_2BeF_4 熔盐中, $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ 的含量为5wt%。

[0058] 实施例3

[0059] 在真空条件下(1×10^{-12} mmHg),将原料 Li_2BeF_4 熔盐置于碳纤维坩埚内,以速率15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至680 $^{\circ}\text{C}$,直至物料完全熔融,保温12h,以速率5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 冷却至室温,即可。

[0060] 其中,原料 Li_2BeF_4 熔盐中, $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ 的含量为6wt%。

[0061] 实施例4

[0062] 在真空条件下(2.5×10^{-5} mmHg),将原料 Li_2BeF_4 熔盐置于碳碳复合材料坩埚内,以速率 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温至 700°C ,直至物料完全熔融,保温2h,以速率 $15^\circ\text{C}/\text{min}$ 冷却至室温,即可。

[0063] 其中,原料 Li_2BeF_4 熔盐中, $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ 的含量为10wt%。

[0064] 实施例5

[0065] 在真空条件下(3.6×10^{-10} mmHg),将原料 Li_2BeF_4 熔盐置于石墨坩埚(石墨坩埚的材质为高纯石墨)内,以速率 $6^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温至 459°C ,直至物料完全熔融,保温6h,以速率 $8^\circ\text{C}/\text{min}$ 冷却至室温,即可。

[0066] 其中,原料 Li_2BeF_4 熔盐中, $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ 的含量为8wt%。

[0067] 实施例6

[0068] 在真空条件下(1×10^{-3} mmHg),将原料 Li_2BeF_4 熔盐置于石墨坩埚(石墨坩埚的材质为高纯石墨)内,以速率 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温至 580°C ,直至物料完全熔融,保温10h,以速率 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 冷却至室温,即可。

[0069] 其中,原料 Li_2BeF_4 熔盐中, $(\text{NH}_4)_2\text{BeF}_4$ 的含量为9wt%。

[0070] 效果实施例1

[0071] 将实施例1~6制备的产品进行相关测试,数据如表1~3所示。其中,表1为实施例1~6的熔盐处理前后的氧和硫分析数据。表2为实施例1的熔盐处理前后的离子色谱分析数据,表3为实施例1原料 Li_2BeF_4 熔盐处理前后的进行元素分析数据。

[0072] 表1

[0073]

检测项目 \ 实施例	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6
原料 Li_2BeF_4 熔盐 氧分析/ppm	2005	2563	2865	1972	3102	1873
原料 Li_2BeF_4 处理后 氧分析/ppm	436	358	312	389	501	372
原料 Li_2BeF_4 熔盐 硫分析/ppm	30.7	58.6	120.1	212	86.5	40.5
原料 Li_2BeF_4 处理后 硫分析/ppm	<0.6	未检出	10.6	5.8	<0.3	6.9

[0074] 表2

[0075]

检测项目	氯 (Cl)/ppm	磷酸根 (PO ₄ ³⁻)/ppm	硝酸根 (NO ₃ ⁻)/ppm	硫酸根 (SO ₄ ²⁻)/ppm
样品处理前	7.5	98	未检出	89.5
实施例 1 处理后	49.1	232.1	未检出	未检出

[0076] 表3

检测项目	单位	Li ₂ BeF ₄ 熔盐	
		原料	实施例 1 处 理后
钛 (Ti)	ppm	0.8	3.0
钠 (Na)	ppm	1839.1	4635.6
钾 (K)	ppm	24.5	227.2
镁 (Mg)	ppm	13.5	67.2
钙 (Ca)	ppm	23.1	56.4
钡 (Ba)	ppm	34.8	39.0
镍 (Ni)	ppm	60.6	< 0.4
钼 (Mo)	ppm	0.6	< 0.2
铬 (Cr)	ppm	1.6	18.3
铁 (Fe)	ppm	40.0	120.1
铜 (Cu)	ppm	< 0.3	< 0.3
铝 (Al)	ppm	112.6	405.8
铅 (Pb)	ppm	< 0.8	< 0.8
镉 (Cd)	ppm	< 0.05	< 0.05
锌 (Zn)	ppm	1.1	0.6
钴 (Co)	ppm	< 0.2	< 0.2
磷 (P)	ppm	35.1	88.6
硅 (Si)	ppm	16.5	29.7
硫 (S)	ppm	30.7	< 0.6
氧 (O)	ppm	2005	436
硼 (B)	ppm	< 0.5	0.7
钨 (W)	ppm	< 0.5	3.5
锰 (Mn)	ppm	5.7	3.4
锆 (Zr)	ppm	0.9	1.9

[0079] 效果实施例2

[0080] 图2为本发明实施例1的原料Li₂BeF₄熔盐处理前的XRD分析图。图3为本发明实施例1的原料Li₂BeF₄熔盐处理后的XRD分析图。由图2、3可知,原料Li₂BeF₄熔盐处理前后均为菱方晶系Li₂BeF₄,说明本发明的工艺方法对物相组分无影响。基于JCPDS卡片号:01-083-2335 [(NH)₂BeF₄, 正交晶系],参照其物相衍射峰八强线,其中的三强线分别对应于2θ = 36.31°

($d=2.47\text{\AA}$)、 $2\theta=36.59^\circ$ ($d=2.45\text{\AA}$)、 $2\theta=36.86^\circ$ ($d=2.43\text{\AA}$),晶面分别为(140)(310)(122),又由于衍射峰强度低,所以在图2中,可对应于 $2\theta=36.38^\circ$ 处的宽化衍射峰,结合所使用原料,可定性分析出原料 Li_2BeF_4 熔盐中含有 $(\text{NH})_2\text{BeF}_4$ 物相,并且通过XRD定量分析可知其含量为3%。在图3中, $2\theta=36.38^\circ$ 处的衍射峰强度几乎降至本底,说明 $(\text{NH})_2\text{BeF}_4$ 含量下降,即通过本发明的工艺方法实现了 $(\text{NH})_2\text{BeF}_4$ 分解。此外,图2、3中 $2\theta=21.89^\circ$ 处为自封袋膜衍射峰,自封袋起到封装样品的作用。

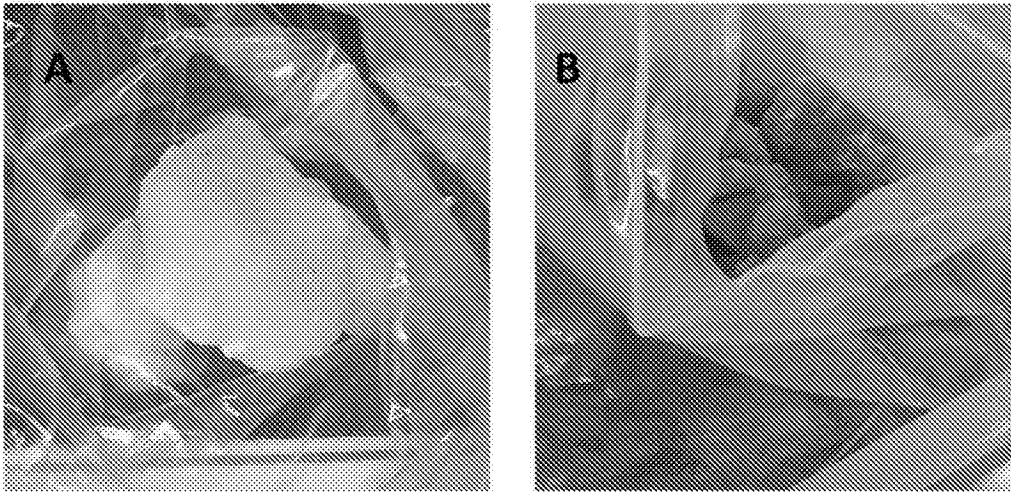


图1

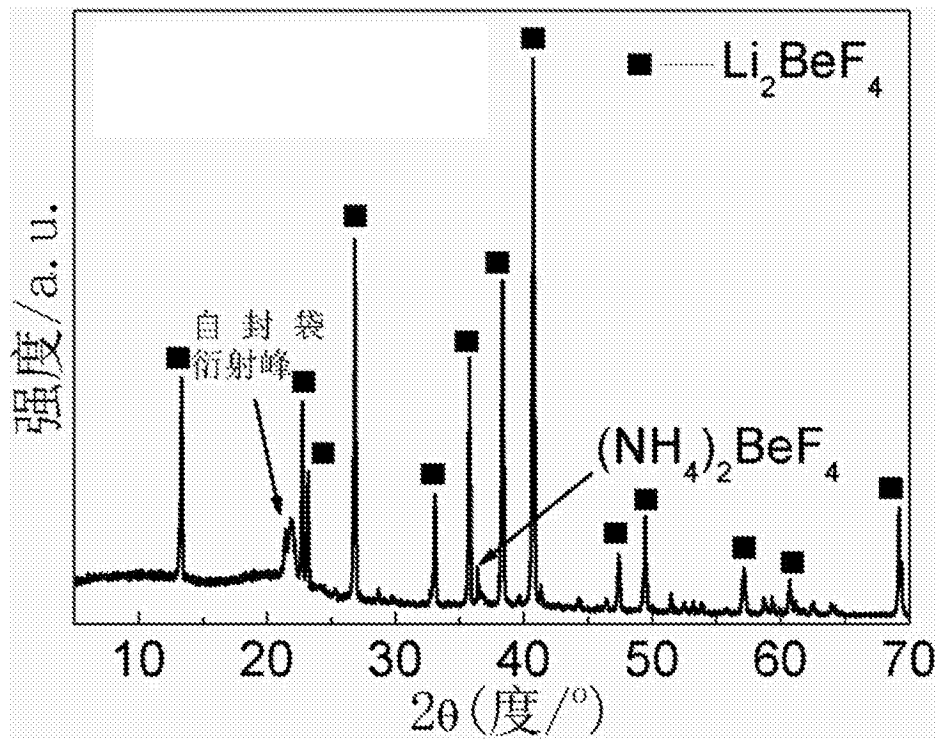


图2

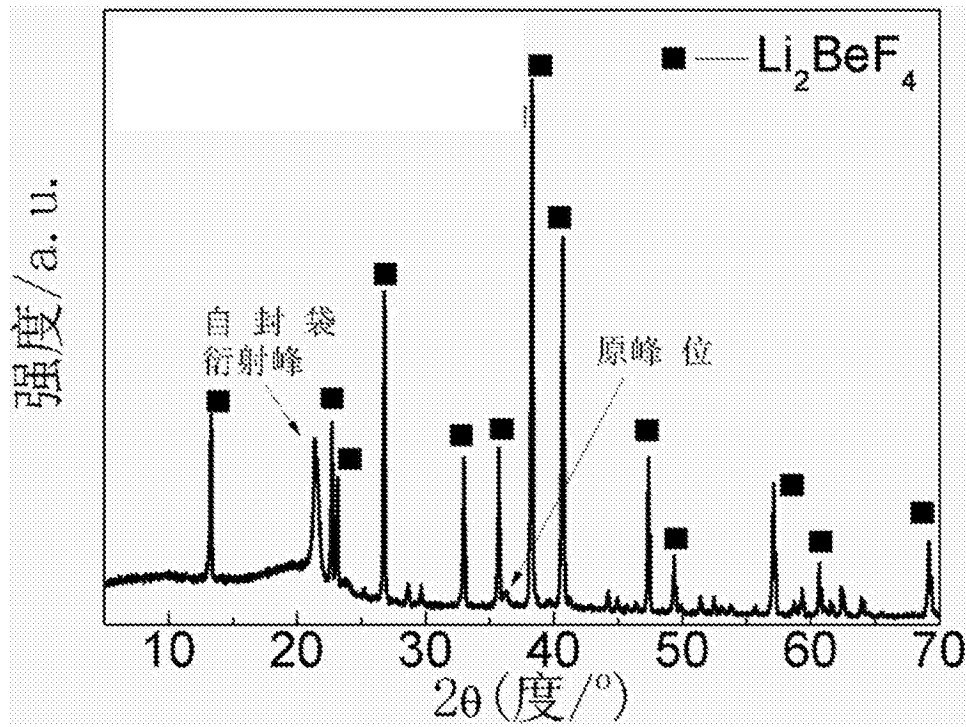


图3