

ICS 71.140.40
CCS G 15

DB 13

河 北 省 地 方 标 准

DB 13/T 6080—2025

双三氟甲基磺酰亚胺锂中杂质的检测

2025-04-03 发布

2025-05-03 实施

河北省市场监督管理局 发布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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。

本文件由邯郸市市场监督管理局提出。

本文件起草单位：中船（邯郸）派瑞特种气体股份有限公司。

本文件主要起草人：张艳志、崔雯、赵赛迪、张露露、李虹麟、黄英、苏子杰、滕莹。

双三氟甲基磺酰亚胺锂中杂质的检测

1 范围

本文件规定了99.9%的双三氟甲基磺酰亚胺锂中杂质的检测原理、试剂或材料、仪器设备、测定步骤及结果处理等。

本文件适用于以三氟甲磺酰氟、氨气、硫酸、碳酸锂为原料生产的双三氟甲基磺酰亚胺锂中氟离子、氯离子、硫酸根含量、水含量、酸度（以HF含量计）、pH、色度、浊度、金属元素含量的测定，其它工艺生产的双三氟甲基磺酰亚胺锂可参考执行。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 6324.8 有机化工产品试验方法 第8部分：液体产品一级水分测定 卡尔·费休库伦电量法
- GB/T 6682 分析实验用一级水规格和试验方法
- GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则
- GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 样品

双三氟甲基磺酰亚胺锂样品中杂质的限量应符合表1的要求。

表1 双三氟甲基磺酰亚胺锂中杂质的限量

项 目	技术指标
氟离子含量（质量分数）， 10^{-6}	≤ 20.0
氯离子含量（质量分数）， 10^{-6}	≤ 20.0
硫酸根含量（质量分数）， 10^{-6}	≤ 20.0
水含量（质量分数）， 10^{-6}	≤ 200.0
酸度（以HF含量计）（质量分数）， 10^{-6}	≤ 150.0
pH值	6.0~9.0
色度（10%一级水溶液）（质量分数），黑曾	≤ 10.0
色度（10%DMC）（质量分数），黑曾	≤ 10.0
色度（25%DME）（质量分数），黑曾	≤ 30.0
色度（25%MEK）（质量分数），黑曾	≤ 30.0

表 1 双三氟甲基磺酰亚胺锂中杂质的限量(续)

项 目	技术指标
浊度 (10%DMC) (质量分数), NTU	≤50.0
浊度 (25%DME) (质量分数), NTU	≤10.0
浊度 (25%MEK) (质量分数), NTU	≤10.0
透过率 (75%水溶液) (质量分数), 10^{-2}	≥98.5
金属元素含量	钠 Na (质量分数), 10^{-6}
	≤10.0
	钾 K (质量分数), 10^{-6}
	≤5.0
	钙 Ca (质量分数), 10^{-6}
	≤5.0
	镁 Mg (质量分数), 10^{-6}
	≤1.0
	铁 Fe (质量分数), 10^{-6}
	≤2.0
	铅 Pb (质量分数), 10^{-6}
	≤1.0
	铝 Al (质量分数), 10^{-6}
	≤1.0
	铜 Cu (质量分数), 10^{-6}
	≤1.0
	锌 Zn (质量分数), 10^{-6}
	≤1.0
	镍 Ni (质量分数), 10^{-6}
	≤1.0
	硼 B (质量分数), 10^{-6}
	≤2.0
	硅 Si (质量分数), 10^{-6}
	≤5.0
	铬 Cr (质量分数), 10^{-6}
	≤1.0
	镉 Cd (质量分数), 10^{-6}
	≤1.0
	钡 Ba (质量分数), 10^{-6}
	≤5.0

5 氟离子含量的测定

5.1 原理

氟化镧单晶电极对氟化物离子有选择性响应, 放入样品溶液中, 组成一测量电池, 其电位值与溶液中氟离子活度的对数值呈线性关系, 以此可测定氟化物含量。

5.2 试剂或材料

试剂或材料如下:

- 氟离子标准溶液: 0.5 mg/L, 5.0 mg/L, 25.0 mg/L;
- 强离子缓冲溶液: 将 292.5 g 氯化钠、1.5 g 柠檬酸钠、150 g 氢氧化钠、285 mL 冰乙酸溶解后转移至 5L 广口瓶中, 加一级水至 5L 刻度线, 用氢氧化钠和冰乙酸调节 pH 至 5.2~5.5。

5.3 仪器设备

仪器设备如下:

- 氟离子选择电极: SG8-pH 计;
- 电磁搅拌器;
- 烧杯: 100 mL;
- 移液管: 50 mL;

e) 分析精密天平: 万分之一。

5.4 测定步骤

5.4.1 测定前处理

称取样品5.0000g, 记为 m_0 , 加一级水稀释至50.0000g, 记为 m_1 。

5.4.2 标准曲线绘制

用50mL移液管分别移取氟标准溶液0.5mg/L, 5.0mg/L, 25.0mg/L各50.00mL至100mL烧杯中, 再用50mL移液管分别移取50.00mL强离子缓冲溶液至各烧杯中。氟离子电极依次校准0.5mg/L, 5.0mg/L, 25.0mg/L的标液。校准斜率 $\geq 45\text{mV/pX}$ 为校正合格。

5.4.3 样品测定

用50mL移液管移取50mL的待测样品至100mL带磁子的烧杯中, 再加入50mL缓冲溶液, 将氟离子选择电极插入上述混合溶液中, 启动搅拌, 读数稳定后, 记录读数F。平行测定两次, 取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 相对偏差不大于5%。

5.5 结果处理

按照式(1)计算氟离子含量:

$$\Phi_1 = F \times \frac{m_1/\rho}{m_0} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中:

Φ_1 ——样品中氟离子的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

F——电极读数, 单位为毫克每升 (mg/L);

ρ ——稀释后样品溶液密度 (g/mL) 约等于1, 计算时按1g/mL;

m_0 ——所取样品的质量, 单位为克 (g);

m_1 ——稀释后的样品溶液总质量, 单位为克 (g)。

6 氯离子含量的测定

6.1 原理

在硝酸介质中, 样品中氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时, 在一定时间内氯化银呈悬浮体, 使溶液浑浊。

6.2 试剂或材料

试剂或材料如下:

- a) 硝酸溶液: 1+4;
- b) 硝酸银溶液: 8.5g/L;
- c) 氯离子标准溶液: 0.010 mg/mL;

6.3 仪器设备

仪器设备如下:

- a) 分光光度计: $\lambda=430\text{nm}$;
- b) 比色皿: 厚度1cm;
- c) 比色管: 25mL;
- d) 容量瓶: 100mL、1L;
- e) 烧杯: 100mL;
- f) 移液管: 5mL;
- g) 分析精密天平: 万分之一。

6.4 测定步骤

6.4.1 测定前处理

称取样品5.0000g, 记为 m_0 , 加一级水稀释至50.0000g, 记为 m_1 。

6.4.2 标准曲线绘制

准确移取0.010 mg/mL 氯化物标准溶液(0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50) mL 分别加入至6个25 mL 的比色管中, 分别加入1 mL 硝酸溶液酸化, 再加1 mL 硝酸银溶液, 用一级水稀释至刻度, 摆匀, 避光放置10 min。在430 nm 波长下, 用1 cm 厚度的比色皿, 测定系列标准溶液的吸光度。以吸光度为纵坐标, 氯化物标准溶液加入量(mL)为横坐标, 绘制标准曲线。相关系数 $R^2 \geq 0.99$, 否则重新配制标准溶液。

6.4.3 样品测定

向25 mL比色管中加入1 mL硝酸溶液, 再加入1 mL硝酸银溶液, 摆匀。用移液管向比色管中加入样品溶液至出现浑浊, 记录样品加入的体积 V_2 , 用一级水稀释至刻度。避光静置10 min。在430 nm波长下, 用1cm厚度比色皿, 测定样品溶液的吸光度。平行测定两次, 取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 相对偏差不大于5%。

6.5 结果处理

据测得的样品溶液的吸光度, 从标准曲线查得对应的氯化物标准溶液的体积, 记为 V_1 , 按下式(2)计算氯离子的含量:

$$\Phi_3 = \frac{C_1 V_1 \times m_1 / \rho}{V_2 \times m_0} \times 1000 \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中:

Φ_3 ——样品中氯离子的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg) ;

C_1 ——氯离子标准溶液浓度, 单位为毫克每毫升 (mg/mL) ;

V_1 ——从标准曲线查得对应的氯离子标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL) ;

m_0 ——样品的质量, 单位为克 (g) ;

m_1 ——稀释后的样品溶液总质量, 单位为克 (g) ;

V_2 ——加入样品溶液的体积, 单位为毫升 (mL) ;

ρ ——稀释后样品溶液密度 (g/mL) 约等于1, 计算时按1 g/mL。

7 硫酸根含量的测定

7.1 原理

在酸性介质中, 样品溶液中硫酸根离子与钡离子生成硫酸钡沉淀, 当硫酸根离子含量较低时, 在一定时间内硫酸钡呈悬浮体, 根据硫酸钡产生的浊度进行判定。

7.2 试剂或材料

试剂或材料如下:

- 稳定液: 称取15g 氯化钠于1000mL 烧杯中, 加60mL 一级水, 10mL 浓盐酸(BV-III级), 15 mL 丙三醇, 30mL 乙醇, 混合均匀;
- 硫酸钾乙醇溶液: 1.453×10^{-1} g/L;
- 氯化钡溶液: 250 g/L;
- 硫酸盐标准溶液: 0.1 mg/mL。

7.3 仪器设备

仪器设备如下:

分光光度计: $\lambda=420$ nm;

比色皿: 厚度1 cm;

比色管: 25 mL;
容量瓶: 100 mL;
烧杯: 100 mL、1000 mL;
移液管: 5 mL;
分析精密天平: 万分之一。

7.4 测定步骤

7.4.1 测定前处理

称取样品5.0000g, 记为 m_0 , 加一级水稀释至50.0000 g, 记为 m_1 。

7.4.2 标准曲线绘制

移取(0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50) mL的硫酸盐标准溶液分别至25 mL比色管, 分别加入0.25 mL硫酸钾乙醇溶液与1.00 mL氯化钡溶液混合, 放置1 min后, 分别加入0.25 mL稳定液。用一级水稀释至刻度, 摆匀, 静置5 min; 在420 nm波长下, 用1 cm厚度的比色皿, 测定系列标准溶液的吸光度。以吸光度为纵坐标, 硫酸钾标准溶液加入量(mL)为横坐标, 绘制标准曲线。相关系数 $R^2 \geq 0.99$, 否则重新配制标准溶液。

7.4.3 样品测定

准确移取0.25 mL硫酸钾乙醇溶液与1.00 mL氯化钡溶液至25 mL比色管中混合, 放置1 min后, 加入0.25 mL稳定液。然后再用移液管加入样品溶液至比色管中刚出现浑浊, 记录加入样品溶液的体积 V_0 , 然后用一级水定容。在420 nm波长下, 测定样品溶液的吸光度。平行测定两次, 取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 相对偏差不大于5%。

7.5 结果处理

根据测得的样品溶液的吸光度, 从标准曲线查得对应的硫酸盐标准溶液的体积记为 V_1 , 按下式(3)计算硫酸根的含量:

$$\Phi_2 = \frac{C_1 V_1 \times m_1 / \rho}{V_0 \times m_0} \times 1000 \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中:

Φ_2 ——样品中硫酸根的含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

C_1 ——硫酸盐标准溶液浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——从标准曲线查得对应的硫酸盐标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

m_0 ——样品的质量, 单位为克(g);

m_1 ——稀释后的样品溶液总质量, 单位为克(g);

V_0 ——加入样品溶液的体积, 单位为毫升(mL);

ρ ——稀释后样品溶液密度(g/mL)约等于1, 计算时按1 g/mL。

8 水含量的测定

8.1 原理

卡尔费休水分测定仪中的一对测量电极和一对电解电极针对反应系统中碘量的变化, 测量电极检验到阳极室的电动势改变, 驱动电解电极进行电解, 在电解电极的阳极、阴极会分别发生氧化、还原反应, 直到系统中的水全部反应完毕。阳极生成的碘分子数等于消耗试样中水的分子数, 而电解生成的碘量或反应消耗的水与所消耗的电量成正比, 依据法拉第定律, 经换算扣除平衡状态的空白电流后, 卡尔费休水分仪测定值可直接给出被测样品的水分含量。

8.2 试剂或材料

试剂或材料如下:

a) 甲醇: 无一级水甲醇;

b) 卡尔费休试剂: 按 GB/T 6324.8 中的规定进行配制或采购。

8.3 仪器设备

仪器设备如下:

- a) 卡尔费休库伦电量水分测定仪;
- b) 烘箱: 55 °C;
- c) 移液管: 5mL;
- d) 分析精密天平: 万分之一。

8.4 测定步骤

8.4.1 测定前处理

在手套箱内准确称取2.0000g (以实际称重为主) 样品。

8.4.2 样品测定

用干燥洁净的塑料取样管 (55°C 烘箱烘8h) 取好样品约2.0000 g~3.0000g, (N₂保护), 对手套箱过度仓进行置换20~30次, 打开过度仓外门, 快速把取好的样品放入, 立即关好仓门, 再对过度仓进行置换20~30次, 然后对手套箱进行置换20~30次, 在常压下打开过度仓和手套箱, 快速拿出样品管, 关闭仓门。首先确认水分仪的漂移值小于1.0μg/s。然后进行预滴定, 检测空白值要求小于1μg/g。

把空样品管放入天平上称重归零, 水分仪按“start”键, 从水分仪加样口把样品加入卡尔费休库伦水分仪内, 再按“start”键, 开始检测水分。把空样品管放入天平上, 所显示的数值为样品重量, 待水分仪发出蜂鸣声, 把重量输入一级水分仪, 读取仪器显示示数记为Φ₄, 平行测定2次, 取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 相对偏差不大于5%。

9 酸度 (以HF含量计) 的测定

9.1 原理

以双三氟甲基磺酰亚胺锂中HF计, 采用酸碱滴定进行测定。

9.2 试剂或材料

试剂或材料如下:

- a) 氢氧化钠标准溶液: 0.01mol/L;
- b) 酚酞指示剂: 10g/L。

9.3 仪器设备

仪器设备如下:

- a) 酸碱滴定管: 1mL;
- b) 分析精密天平: 万分之一。

9.4 测定步骤

9.4.1 测定前处理

称取样品10.0000g, 记为m₀, 加一级水稀释至100.0000g, 记为m_总, 配制成10%水溶液。

9.4.2 样品测定

用25mL移液管取25.00mL 10%样品水溶液于250 mL玻璃锥形瓶中, 加2~3滴酚酞指示剂, 用0.01mol/L (以实际标定数为准) NaOH标准溶液滴定至溶液恰由无色变为粉色, 且30秒内不变色, 则记为终点, 记录消耗NaOH标准溶液的体积为V, 同时做空白实验, 并记录消耗NaOH标准溶液的体积, 记为V₀。

9.5 结果处理

酸度（以HF含量计）的质量百分含量按式（4）计算：

式中：

Φ_5 ——样品中酸度（以HF含量计），单位为毫克每千克（mg/kg）

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

v——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积, ml;

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准溶液的体积, ml.

m_0 —一样品质量, g。

10 pH 值测定

10.1 原理

将规定的指示电极和参比电极或复合电极浸入同一被测溶液中，构成原电池，其电动势与溶液的pH值有关，通过测量原电池的电动势即可得出溶液的pH值。

10.2 试剂或材料

试剂或材料如下：

- a) 邻苯二甲酸氢钾: pH=4. 0;
 - b) 混合磷酸盐: pH=6. 86;
 - c) 硼砂: pH=9. 18。

10.3 仪器设备

仪器设备如下：

- a) 便携式 pH 计;
 - b) 烧杯: 100 mL
 - c) 分析精密天平: 万分之一。

10.4 测定步骤

10.4.1 测定前处理

取5.0000 g样品至烧杯中，加一级水稀释10倍，配制为10%的样品水溶液。

10.4.2 样品测定

按照GB/T 9724中的规定进行测定。

11 色度测定

11.1 原理

用氯铂酸钾和氯化钴以一定的比例配制成与天然一级水色调相似的标准色度系列，标准溶液的吸光度和色度呈线性关系，通过测定试样的吸光度得出色度值。

11.2 试剂或材料

铂-钴溶液: 500黑曾。

11.3 仪器设备

仪器设备如下：

- a) 分光光度计: $\lambda=455$ nm;

- b) 比色皿: 1cm;
- c) 分析精密天平: 万分之一。

11.4 测定步骤

11.4.1 测定前处理

取5.0000g样品至烧杯中, 配制为10%的样品水溶液; 10%DMC溶液; 25%DME溶液; 25%MEK溶液。

11.4.2 标准曲线绘制

在 $\lambda=455$ nm波长下, 用1cm厚度比色皿, 依次测定5、10、20、30、40黑曾标准溶液的吸光度。得出标液色度-吸光度曲线方程, 要求 $R^2\geq 0.99$, 否则重新配制标准溶液。

11.4.3 样品测定

在455 nm波长处, 用1cm厚度比色皿, 测定样品的吸光度, 并依据标液色度-吸光度曲线方程得出被测样品的色度为H(黑曾), 平行测定两次, 取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 相对偏差不大于5%。

12 浊度测定

12.1 原理

利用一束稳定光源光线通过盛有待测样品的样品池, 传感器处在与发射光线垂直的位置上测量散射光强度。光束射入样品时产生的散射光的强度与样品中浊度在一定浓度范围内成比例关系。

12.2 试剂或材料

试剂或材料如下:

- a) 浊度标准溶液: <0.1NTU;
- b) 浊度标准溶液: 20NTU;
- c) 浊度标准溶液: 200NTU;
- d) 浊度标准溶液: 1000NTU;
- e) 浊度标准溶液: 4000NTU。

12.3 仪器设备

仪器设备如下:

- a) 浊度仪: TL2300;
- b) 量筒: 50mL;
- c) 分析精密天平: 万分之一。

12.4 测定步骤

12.4.1 测定前处理

取5g样品至烧杯中, 配制为10%DMC溶液; 25%DME溶液; 25%MEK溶液。

12.4.2 标准曲线绘制

浊度仪依次检测浊度值<0.1, 20, 200, 1000, 4000NTU的标准溶液, 进行校准, 校准后复测浊度值为200NTU, 要求相对误差不大于5%。

12.4.3 样品测定

用50mL的量筒量取40mL待测样品加入样品管, 将样品管放入浊度仪检测, 平行测定两次, 平行测定结果的算术平均值为测定结果, 相对偏差不大于5%。

13 透过率测定

13.1 原理

采用可见光远的入射光强和透过被测物质后的光强，透过光强与入射光强的比值即为透过率。

13.2 仪器设备

仪器设备如下：

- a) 分光光度计： $\lambda=660\text{ nm}$ ；
- b) 烧杯：100mL；
- c) 分析精密天平：万分之一。

13.3 测定步骤

13.3.1 测定前处理

取30.0000g样品至烧杯中，加一级水稀释至40.0000g，配制为75%样品一级水溶液。

13.3.2 样品测定

用一级水进行调“100%”，仪器显示为100.0，将75%样品一级水溶液加入比色皿，放入检测槽，读取示数，平行测定两次，平行测定结果的算术平均值为测定结果，相对偏差不大于5%。

14 金属元素含量（钠、钾、钙、镁、铁、铅、铝、铜、锌、镍、硼、硅、铬、镉、钡）的测定

14.1 原理

试样溶液经雾化系统雾化后形成气溶胶，由载气带入等离子体内，在高温和惰性氩气气氛中蒸发、原子化、激发和电离。被测元素的原子或离子被激发时，电子在原子内不同能级跃迁，由高能态向低能态跃迁时产生特征辐射，通过确定这种辐射的波长及其相对强度，可对各种元素进行定性或定量分析。

14.2 试剂或材料

试剂或材料如下：

- a) 硝酸：优级纯；
- b) 混合标准溶液：100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；
- c) 氩气（Ar）：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

14.3 仪器设备

仪器设备如下：

- a) 电感耦合等离子体发射光谱仪：ICP7000；
- b) 移液枪：量程100 μL ；
- c) 烧杯：100mL；
- d) 容量瓶：100mL、50mL；
- e) 分析精密天平：万分之一。

14.4 测定步骤

14.4.1 测定前处理

称取样品5.0000g，记为 m_0 ，加一级水稀释至50.0000g，记为 m_1 。

14.4.2 标准配制（标准加入法）

按照GB/T 23942中的规定进行。

14.4.3 标准曲线绘制

按照GB/T 23942中的规定进行。

14.4.4 样品测定

按照GB/T 23942中的规定进行, 测定稀释样品的强度值, 利用绘制的标准曲线, 得出稀释后样品的浓度 ω 。平行测定两次, 取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 相对偏差不大于5%。

14.5 结果处理

样品中各元素含量以质量分数 ω 计, 按照式 (5) 计算:

$$\Phi_6 = \frac{\omega_i \times m_1}{m_0} \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

式中：

Φ_6 ——样品中金属元素的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

j ——样品元素；

ω_i —从校准曲线查得被测元素质量浓度, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

m_1 —稀释后的样品溶液质量, 单位为克 (g);

m_0 ——样品质量, 单位为克 (g)。

15 精密度和准确度要求

双三氟甲基磺酰亚胺锂中杂质的测定结果的相对标准偏差不大于5%。