团体标准

《双（三氟甲磺酰）亚胺锂中杂质的检测》

（报批稿）

编制说明

《双（三氟甲磺酰）亚胺锂中杂质的检测》标准编制组

二O二一年六月

一、项目背景

1．任务来源

2021年4月河北省标准化协会办公室下达“《2021年度第二批协会标准制订计划》的通知”，批准“双（三氟甲磺酰）亚胺锂中杂质的检测”标准立项，由中船重工（邯郸）派瑞特种气体有限公司所承担标准制定任务。

2．工作简要过程

本标准制定工作于2021年4月开始启动，中船重工（邯郸）派瑞特种气体有限公司收到标准制定任务通知后，成立了标准编制组，确定了人员分工和工作计划。

2021年4月至2021年5月，编制组查阅了相关资料，细化了标准制定的要点，编制了标准草案；

2021年5月至2021年6月，标准编制组通过标准试验验证解决了标准制定工作中相关技术问题。根据试验验证结果，制定了标准征求意见初稿。

2021年6月至2021年7月，标准编制组向相关单位发送标准征求意见稿，并征求意见。

2021年7月至2021年8月，编制组根据各单位提出的修改意见和建议，进一步修改完善标准征求意见稿。邀请相关专家，开展专家审定会，对标准征求意见稿进行了研讨。

2021年8月至2021年9月，编制组根据专家审定会提出的修改意见和建议，进一步修改完善，形成标准征求意见终稿及编制说明，最后完成报批稿的上报。

二、制定标准的必要性和意义

双（三氟甲磺酰）亚胺锂（LiTFSI）是重要的含氟有机离子化合物，其在二次锂电池及偏光板材料等领域均具有重要的产业化应用价值，可用作锂电池电解液中做添加剂，还可在偏光板用作抗静电剂等。随着新能源汽车产业的发展，新型锂电池迎来了新的机遇，LiTFSI相比LiPF6具有电化学稳定性高、高温稳定性好等特点,有望成为主流的锂离子电解质。2021年，全球电解液市场需求量约65万吨，双（三氟甲磺酰）亚胺锂总体市场需求可以达到200吨。2021年，随着全球面板行业发展迅猛，双（三氟甲磺酰）亚胺锂需求量约100吨。目前全世界双（三氟甲磺酰）亚胺锂的需求量约300吨，随着锂电池及偏光板行业不断发展，未来3年需求可达800吨。

目前，国内该产品生产厂家主要包括中船重工（邯郸）派瑞特种气体有限公司（718所下属子公司，以下简称派瑞特气）、超威电化等。其中，国内最大生产商派瑞特气，采用具有国际先进水平的制备工艺，产品质量达到国际先进水平，远销日本、韩国等地，市场反映良好。该生产工艺曾获得授权发明专利3件。

为明确双（三氟甲磺酰）亚胺锂标准，查询了相关行业、国家、国际标准，目前并未有相关标准正式发布。国内外均缺乏双（三氟甲磺酰）亚胺锂标准，为规范产品生产、销售和市场竞争秩序，维护企业、用户权益，为国内企业建立统一的规范性标准文件，保障产品品质及竞争力，促进行业发展，特申请制定“双（三氟甲磺酰）亚胺锂中杂质的测定”的标准。

经过查阅相关文献，结合用户的使用标准，目前常见的双（三氟甲磺酰）亚胺锂产品技术指标如下表1所示：

表1 双（三氟甲磺酰）亚胺锂技术指标

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 指标要求 |
| LiTFSI纯度，10-2 ≥ | 99.9 |
| SO42-,10-6 ≤ | 20 |
| F-,10-6 ≤ | 20 |
| Cl-,10-6 ≤ | 15 |
| H2O-,10-6 ≤ | 200 |
| PH,10-6 - | 6.0~9.0 |
| Na,10-6 ≤ | 10 |
| K,10-6 ≤ | 5 |
| Ca,10-6 ≤ | 5 |
| Mg,10-6 ≤ | 1 |
| Fe,10-6 ≤ | 2 |
| Pb,10-6 ≤ | 1 |
| Al,10-6 ≤ | 1 |
| Cu,10-6 ≤ | 1 |
| Zn,10-6 ≤ | 1 |
| Ni,10-6 ≤ | 1 |
| B,10-6 ≤ | 2 |
| Si,10-6 ≤ | 5 |
| Cr,10-6 ≤ | 1 |
| Cd,10-6 ≤ | 1 |
| Ba,10-6 ≤ | 5 |
| 色度（10%水溶液）,10-6 ≤ | 10 |
| 色度（10%DMC）,10-6 ≤ | 10 |
| 色度（25%DME）,10-6 ≤ | 30 |
| 色度（25%MEK）,10-6 ≤ | 30 |
| 透过率（75%水溶液）,%≤ | 98.5 |
| 酸度,10-6 ≤ | 50 |
| 浊度（10%DMC）,10-6 ≤ | 50 |
| 浊度（25%DME）, NTU ≤ | 10 |
| 浊度（25%MEK），NTU ≤ | 10 |
| 性状（10%水溶液） | 无色透明 |
| 注：表中的纯度和含量均系质量分数 | |

三、主要技术内容

标准主要内容规定了双（三氟甲磺酰）亚胺锂中杂质的测定方法，包括测定原理、测定条件、测定步骤及测定结果处理等。采取的主要分析方法如下：

1、硫酸根含量的测定

采用分光光度计进行分析。双（三氟甲磺酰）亚胺锂极易溶于水，适量的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶于水后，向其加入适量的氯化钡，溶液中的硫酸根与钡离子结合生成硫酸钡沉淀，同时用高纯水做空白，在420nm波长下检测其吸光度。

标准曲线法。配制一系列不同浓度的硫酸根标准，分别测定其吸光度，以吸光度为横坐标，标准溶液加入量为纵坐标，绘制标准曲线，R2≥0.99，待测样品检测的吸光度根据该标准曲线来计算硫酸根的含量。

2、氟含量的测定

将氟离子电极和参比电极浸入同一含氟溶液中，参比电极的电位保持相对恒定，而氟离子电极的电位随溶液中离子浓度的不同而有所变化，当溶液的总离子强度为定值且足够时，电池的电动势与氟离子活度的对数成直线关系，从而指示出溶液中氟离子的活度。

3、氯离子含量的测定

采用分光光度计进行分析。双（三氟甲磺酰）亚胺锂极易溶于水，适量的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶于水后，向其加入适量的氯化钡，溶液中的氯离子与银离子结合生成氯化银沉淀，同时用高纯水做空白，在430nm波长下检测其吸光度。

标准曲线法。配制一系列不同浓度的氯离子标准，分别测定其吸光度，以吸光度为横坐标，标准溶液加入量为纵坐标，绘制标准曲线，R2≥0.99，待测样品检测的吸光度根据该标准曲线来计算氯离子的含量。

4、水分含量的测定

按照GB/T6283-2008的规定进行检测。

卡尔费休水分仪滴定过程是由两端供电的双铂电极完成，而卡尔费休水分测定仪从去极化双铂电极中获得的电流信号控制滴定，当溶液中只有碘时，没有电流通过点击极化。当达到滴定终点时（水反应完成），溶液中的游离碘存在，使电极去极化，电流突然增加，从而使一个电极的碘氧化，另一个电极上的碘（I2）的量减少，此时，样品可根据消耗的卡尔费休试验剂量计算产品中的含水量。

5、色度的测定

用铂-钴溶液配制成标准系列，测定其吸光度，得出标准色度-吸光度曲线方程，通过检测样品的吸光度，计算出其色度。

6、浊度的测定

采用90°散射光原理。

7、金属含量的测定

采用电感耦合等离子体发射光谱法（ICPOES）进行测定。

8、透过率的测定

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。

9、酸度的测定

主要以双（三氟甲磺酰）亚胺锂中HF计，采用酸碱滴定进行测定。

10、PH的测定

按照GB/T9724-2007的规定进行。

11、异物的测定

采用高性能激光光源及补偿电路，保证样品的测试度，直接对样品进行检测。

四、主要试验或验证情况说明

1、双（三氟甲磺酰）亚胺锂中硫酸根含量的测定

（1）平行试验

试验配制了6个不同浓度的标准溶液进行验证，加入硫酸钾标准溶液（0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50）mL 。

采用的测试条件为：在420nm波长下，测定上述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R2≥99.9，否则重新配制标准溶液。

标准曲线及相关系数：y=0.0171x+0.0005，R2=99.9

通过实验证明，该标准曲线能够满足测定要求。

取3个批次样品，每个样品平行测定3次。

采用的测定条件如下：

检测波长420nm，在此测定条件下双（三氟甲磺酰）亚胺锂中硫酸根含量的测定结果见表2。

表2 3个批次样品平行性检测结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 检测结果 | 样品1 | 样品2 | 样品3 |
| SO42-含量/ppm | 1.6 | 3.6 | 2.3 |
| 1.6 | 3.6 | 2.3 |
| 1.6 | 3.6 | 2.3 |

通过实验证明，该检测条件能够满足测定要求。

（2）比对检测试验

由中科光析化工技术研究所和中国船舶工业化学物质检测中心两家检测单位对同一批次双（三氟甲磺酰）亚胺锂含量进行检测，以验证检测方法对测定结果的差异性，验证结果见表3。

表3 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中硫酸根含量的比对实验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 成分 | 测定值1  /%(M/M) | 测定值2  /%(M/M) | 平均值  /% (V/V) | 相对偏差  /% |
| 双（三氟甲磺酰）亚胺锂 | 3.6 | 3.8 | 3.7 | 2.7 |

对于杂质组分的检测，不同单位检测结果的相对偏差小于5%都是可以接受的，检测结果的相对偏差符合要求，说明建立的方法可行.

2、双（三氟甲磺酰）亚胺锂中氟离子的测定

（1）仪器条件的确定

配制不同浓度的F-标准溶液，对氟离子选择电极进行校准，其校准斜率≥45mv/px为合格。

校准条件：氟离子标准溶液浓度：0.5mg/L、5mg/L、25mg/L，

在上述检测条件下，校正斜率分别为51.9mv/px和59.4mv/px，说明仪器条件可行。

（2）比对检测试验

由中科光析化工技术研究所和中国船舶工业化学物质检测中心两家检测单位对同一批次双（三氟甲磺酰）亚胺锂中氟离子含量进行检测，以验证不同检测单位对测定结果的差异性，验证结果见表4。

表4 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中氟离子含量比对实验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 成分 | 测定值1  /10-6(V/V) | 测定值2  /10-6(V/V) | 平均值  /10-6(V/V) | 相对偏差  /% |
| F- | 3.7 | 3.6 | 3.65 | 1.4% |

对于微量组分的检测，不同单位之间检测结果的相对偏差小于5%都是可以接受的，检测结果的相对偏差符合要求，说明建立的方法可行。

3、双（三氟甲磺酰）亚胺锂中氯离子的测定

（1）10%双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液加入量试验

试验配制了6个不同浓度的标准溶液进行验证，加入硫酸钾标准溶液（0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50）mL 。

采用的测试条件为：在430nm波长下，测定上述系列标准溶液的吸光度以吸光度为纵坐标，氯化钠标准溶液加入量（mL）为横坐标，绘制标准曲线。相关系数R2≥99.9，否则重新配制标准溶液。

标准曲线及相关系数：y=0.0152x-0.0005，R2=99.94

通过实验证明，该标准曲线能够满足测定要求。

配制好的10%的水溶液，设定5ml、10ml、20ml、直接加入样品定容。查看实验结果是否在标准曲线范围之内，确定最终样品加入量，每个加入量做3个平行样进行检测。

采用的测定条件：430nm的波长下检测，双（三氟甲磺酰）亚胺锂中氯离子含量检测结果见表5。

表5 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中氯离子含量的试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品加入量/ml | 5 | | | 10 | | | 20 | | | 直接定容至刻度 | | |
| Cl-含量/ppm | 0.8 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 0.7 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.1 |

通过试验说明，直接定容至比色管刻度检测结果稳定，且操作步骤简单。

（2）比对检测试验

由中科光析化工技术研究所和中国船舶工业化学物质检测中心两家检测单位对同一批次双（三氟甲磺酰）亚胺锂中氟离子含量进行检测，以验证不同检测单位对测定结果的差异性，验证结果见表6。

表6 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中氯离子含量比对实验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 成分 | 测定值1  /%(M/M) | 测定值2  /%(M/M) | 平均值  /% (V/V) | 相对偏差  /% |
| Cl- | 3.6 | 3.8 | 3.7 | 2.7 |

对于微量组分的检测，不同单位之间检测结果的相对偏差小于5%都是可以接受的，检测结果的相对偏差符合要求，说明建立的方法可行。

4、双（三氟甲磺酰）亚胺锂中水分的测定

（1）取样量的确定

按照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）进行检测。

选择样品取样量分别为1g、2g、3g、4g，分别进行检测，每个取样量平行测定3次。

确认仪器条件，对手套箱进行N2置换，在此条件下进行试验，检验结果见表7。

表7 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中H2O含量试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 检测结果/ppm | 取样量/g | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| 第一次 | 37.5 | 37.6 | 37.5 | 37.9 |
| 第二次 | 35.6 | 37.9 | 37.8 | 35.8 |
| 第三次 | 22.9 | 37.1 | 37.0 | 34.0 |

由试验结果说明，取样量为2-3g时，检测结果平行性较好。

（2）对比检测试验

由中科光析化工技术研究所和中国船舶工业化学物质检测中心两家检测单位对同一批次双（三氟甲磺酰）亚胺锂中水分含量进行检测，以验证不同检测单位对测定结果的差异性，验证结果见表8。

表8 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中水分含量比对实验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 成分 | 测定值1  /10-6(V/V) | 测定值2  /10-6(V/V) | 平均值  /10-6(V/V) | 相对偏差  /% |
| H2O | 45.6 | 46.1 | 45.85 | 0.55% |

对于微量组分的检测，不同单位之间检测结果的相对偏差小于5%都是可以接受的，检测结果的相对偏差符合要求，说明建立的方法可行。

5、 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中色度的测定

（1）仪器条件的确定

配制5个不同黑曾的标准溶液（0-50黑曾），按照500黑曾标准溶液符合的波长，测定标准溶液的吸光度。以标准溶液浓度和吸光度为坐标建立标准曲线，要求R2≥0.99合格。

校准条件：色度标准溶液浓度：5黑曾、10黑曾、15黑曾、20黑曾、30黑曾、40黑曾，

在上述检测条件下，校正曲线为y=0.0003x-0.0021，R2=0.9956，说明仪器条件可行。

（2）比对检测试验

由中科光析化工技术研究所和中国船舶工业化学物质检测中心两家检测单位对同一批次不同溶剂配制的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液中色度进行检测，以验证不同检测单位对测定结果的差异性，验证结果见表9。

表9 不同溶剂配制的双（三氟甲磺酰）亚胺锂中色度比对试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 成分 | 测定值1  /10-6(V/V) | 测定值2  /10-6(V/V) | 平均值  /10-6(V/V) | 相对偏差  /% |
| 10%水溶液 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 0% |
| 25%MEK | 12 | 12.2 | 12.1 | 0.83% |
| 25%DME | 8.3 | 8.2 | 8.25 | 0.61% |
| 25%DMC | 5.5 | 5.3 | 5.4 | 1.9% |

对于微量组分的检测，不同单位之间检测结果的相对偏差小于5%都是可以接受的，检测结果的相对偏差符合要求，说明建立的方法可行。

6、 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中浊度的测定

（1）仪器条件的确定

5个不同浓度的标准溶液＜0.1，20，200，1000，4000NTU，仪器检测要求进行校准。

在上述检测条件下，进行校准，校准检测结果见表10。

表10 浊度校准检测结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校准浓度/NTU | ＜0.1 | 20 | 200 | 1000 | 4000 |
| 校准结果/NTU | 0 | 20 | 200 | 1000 | 4000 |

由校准结果，说明仪器条件可行。

（2）比对检测试验

由中科光析化工技术研究所和中国船舶工业化学物质检测中心两家检测单位对同一批次不同溶剂配制的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液中浊度进行检测，以验证不同检测单位对测定结果的差异性，验证结果见表11。

表11 不同溶剂配制的双（三氟甲磺酰）亚胺锂浊度对比试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 成分 | 测定值1  /10-6(V/V) | 测定值2  /10-6(V/V) | 平均值  /10-6(V/V) | 相对偏差  /% |
| 25%MEK | 0.39 | 0.41 | 0.4 | 2.5% |
| 25%DME | 1.05 | 1.06 | 1.055 | 0.47 |
| 10%DMC | 0.61 | 0.63 | 0.62 | 1.61% |

对于微量组分的检测，不同单位之间检测结果的相对偏差小于5%都是可以接受的，检测结果的相对偏差符合要求，说明建立的方法可行。

7、双（三氟甲磺酰）亚胺锂中金属含量的测定

（1）仪器条件的确定

配制4个不同浓度的混合标准溶液（0ppm，0.05ppm，0.10ppm，0.20ppm），仪器检测要求运行校正标准。R2≥0.999为合格

在上述检测条件下，进行校准，校准检测结果见表12。

表12 金属元素校准检测结果

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 金属元素 | 线性曲线 | R2 |
| A1 | y=5311.45x+306.81 | 0.9999 |
| B | y=922.85x-9.1593 | 0.9999 |
| Ca | y=359829x+42113 | 0.9999 |
| Cd | y=33240.4x+3.1201 | 0.9998 |
| Cu | y=3380.4x+3.1543 | 0.9999 |
| Fe | y=2042.2x+115.51 | 0.9999 |
| K | y=200520x+3191.5 | 0.9999 |
| Mg | y=72326x+2672.8 | 0.9999 |
| Na | y=206496x+31955 | 0.9999 |
| Ni | y=637.67x+4.9456 | 0.9999 |
| Pb | y=127.15x+0.6768 | 0.9999 |
| Si | y=409.25x+14.54 | 0.9999 |
| Zn | y=885.54x+9.4686 | 0.9999 |

由校准结果，说明仪器条件可行。

（2）比对检测试验

由中科光析化工技术研究所和中国船舶工业化学物质检测中心两家检测单位对同一批次双（三氟甲磺酰）亚胺锂中金属含量进行检测，以验证不同检测单位对测定结果的差异性，验证结果见表13。

表13 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中金属含量对比试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 成分 | 测定值1  /10-6(V/V) | 测定值2  /10-6(V/V) | 平均值  /10-6(V/V) | 相对偏差  /% |
| A1 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0 |
| B | 0.15 | 0.14 | 0.145 | 3.45% |
| Ca | 1.44 | 1.44 | 1.44 | 0% |
| Cd | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0 |
| Cu | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0% |
| Fe | 0.46 | 0.44 | 0.45 | 2.22% |
| K | 0.52 | 0.54 | 0.53 | 1.9% |
| Mg | 0.24 | 0.25 | 0.245 | 2% |
| Na | 0.40 | 0.42 | 0.41 | 2.4% |
| Ni | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0% |
| Pb | 0.14 | 0.14 | 0.14 | 0% |
| Si | 0.58 | 0.57 | 0.575 | 0.87% |
| Zn | 0.08 | 0.08 | 0.08 | 0% |

对于微量组分的检测，不同单位之间检测结果的相对偏差小于5%都是可以接受的，检测结果的相对偏差符合要求，说明建立的方法可行。

8、 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中透过率的测定

（1）仪器条件的确定

检测条件：配制75%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液，在660nm波长下进行测定。

在上述检测条件下，取3个批次的双（三氟甲磺酰）亚胺锂样品，测定3个平行样，平行性检测结果见表14。

表14 75%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液透过率平行性试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 检测结果 | 样品1 | 样品2 | 样品3 |
| 第一次 | 99.6 | 99.8 | 98.9 |
| 第二次 | 99.6 | 99.7 | 98.9 |
| 第三次 | 99.6 | 99.8 | 98.9 |

由上面试验结果，说明检测结果稳定，仪器条件可行。

（2）比对检测试验

由中科光析化工技术研究所和中国船舶工业化学物质检测中心两家检测单位对同一批次75%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液透过率进行检测，以验证不同检测单位对测定结果的差异性，验证结果见表15。

表15 75%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液透过率对比试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 成分 | 测定值1  /10-6(V/V) | 测定值2  /10-6(V/V) | 平均值  /10-6(V/V) | 相对偏差  /% |
| 75%透过率 | 99.7 | 99.8 | 99.75 | 0.05% |

对于微量组分的检测，不同单位之间检测结果的相对偏差小于5%都是可以接受的，检测结果的相对偏差符合要求，说明建立的方法可行。

9、 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中酸度的测定

（1）检测条件的确定

检测条件：1ml微量滴定管，酚酞指示剂（10g/L） ，NaOH标准滴定溶液。

配制不同浓度的NaOH标准滴定溶液（0.01mol/L，0.02mol/L，0.03mol/L）

在上述检测条件下，以不同浓度的NaOH标准滴定溶液分别对10%双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液进行滴定，并分别测定3个平行样，试验检测结果见表16。

表16 不同浓度的NaOH标准滴定溶液滴定双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液酸度试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 检测结果 | 不同浓度的NaOH标准滴定溶液 | | |
| 0.01mol/L | 0.02mol/L | 0.03mol/L |
| 第一次 | 26.1 | 26.3 | 25.7 |
| 第二次 | 26.1 | 25.8 | 25.9 |
| 第三次 | 26.0 | 25.9 | 26.1 |

由上面试验结果，NaOH标准滴定溶液浓度为0.01mol/L时，检测而结果较为稳定，因此选定NaOH标准滴定溶液浓度为0.01mol/L。

（2）比对检测试验

由中科光析化工技术研究所和中国船舶工业化学物质检测中心两家检测单位对同一批次10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液酸度进行检测，以验证不同检测单位对测定结果的差异性，验证结果见表17。

表17 10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液酸度对比试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 成分 | 测定值1  /10-6(V/V) | 测定值2  /10-6(V/V) | 平均值  /10-6(V/V) | 相对偏差  /% |
| 酸度 | 26.1 | 26.0 | 26.05 | 0.19% |

对于微量组分的检测，不同单位之间检测结果的相对偏差小于5%都是可以接受的，检测结果的相对偏差符合要求，说明建立的方法可行。

10、 双（三氟甲磺酰）亚胺锂PH的测定

（1）仪器条件的确定

检测条件：配制不同PH值的缓冲溶液（4.0、6.86、9.18）对PH计进行校准，其校准斜率≥45mv/px为合格。

校准条件：PH标准缓冲溶液：4.0、6.86、9.18。

在上述检测条件下，校正斜率分别为51.9mv/px和59.4mv/px，说明仪器条件可行。

在上述校准条件下，取3个批次的双（三氟甲磺酰）亚胺锂样品，测定3个平行样，平行性检测结果见表18。

表18 10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液PH平行性试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 检测结果 | 样品1 | 样品2 | 样品3 |
| 第一次 | 7.05 | 6.95 | 7.12 |
| 第二次 | 7.06 | 6.95 | 7.12 |
| 第三次 | 7.06 | 9.96 | 7.12 |

由上面试验结果，说明检测结果稳定，仪器条件可行。

（2）比对检测试验

由中科光析化工技术研究所和中国船舶工业化学物质检测中心两家检测单位对同一批次10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液PH进行检测，以验证不同检测单位对测定结果的差异性，验证结果见表19。

表19 10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液PH对比试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 成分 | 测定值1  /10-6(V/V) | 测定值2  /10-6(V/V) | 平均值  /10-6(V/V) | 相对偏差  /% |
| PH | 7.21 | 7.20 | 7.205 | 0.07% |

对于微量组分的检测，不同单位之间检测结果的相对偏差小于5%都是可以接受的，检测结果的相对偏差符合要求，说明建立的方法可行。

11、 双（三氟甲磺酰）亚胺锂中异物的测定

（1）仪器稳定性的确定

校验：先用高纯水进行校验，测试结果为5μm≤45，10μm≤5、25μm、50μm、75μm和100μm为0。

配制10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液，静置1h待测；

在上述检测条件下，取3个批次的双（三氟甲磺酰）亚胺锂样品，测定3个平行样，平行性检测结果见表20。

表20 10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液异物稳定性试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品检测结果 | 检测粒径 | | | | | |
| 5μm/个 | 10μm/个 | 25μm/个 | 50μm/个 | 75μm/个 | 100μm/个 |
| 样品1 | 142.8 | 23.2 | 1.4 | 1 | 0 | 0 |
| 144.2 | 21.4 | 1.6 | 1.4 | 0.2 | 0 |
| 145 | 20.6 | 1.2 | 1 | 0 | 0 |
| 样品1 | 140 | 20.2 | 1.8 | 0.8 | 0 | 0 |
| 139.6 | 20.4 | 1.6 | 0.8 | 0 | 0 |
| 141.2 | 20.2 | 1.9 | 0.9 | 0 | 0 |
| 样品1 | 144 | 21.2 | 1.7 | 0.6 | 0 | 0 |
| 143.8 | 21.2 | 1.8 | 0.5 | 0 | 0 |
| 143.5 | 21.4 | 1.6 | 0.6 | 0 | 0 |

由试验结果，说明检测结果稳定，仪器条件可行。

（2）放置时间检测试验

配制好10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液，放置0h检测、1h检测、2h检测、3h检测，根据检测结果与放置时间关系，确认样品放置时间。

在上述条件下，对10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液异物进行放置检测试验。检测结果见表21。

表21 10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液异物放置试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 放置时间/h | 检测粒径 | | | | | |
| 5μm/个 | 10μm/个 | 25μm/个 | 50μm/个 | 75μm/个 | 100μm/个 |
| 0 | 168.8 | 23.2 | 2.1 | 1.1 | 0.5 | 0 |
| 1 | 140.2 | 20.4 | 1.6 | 0.9 | 0 | 0 |
| 2 | 140.0 | 20.3 | 1.7 | 0.8 | 0 | 0 |
| 3 | 140.1 | 20.2 | 1.6 | 0.8 | 0 | 0 |

由试验结果，说明配制好10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液后，放置1h进行检测，检测结果较为稳定。

（3）比对检测试验

由中科光析化工技术研究所和中国船舶工业化学物质检测中心两家检测单位对同一批次10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液异物进行检测，以验证不同检测单位对测定结果的差异性，验证结果见表22。

表22 10%的双（三氟甲磺酰）亚胺锂溶液异物对比试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 成分 | 测定值1  /10-6(V/V) | 测定值2  /10-6(V/V) | 平均值  /10-6(V/V) | 相对偏差  /% |
| 异物（5μm/个） | 115 | 121 | 118 | 2.54 |

对于微量组分的检测，不同单位之间检测结果的相对偏差小于5%都是可以接受的，检测结果的相对偏差符合要求，说明建立的方法可行。

五、征求意见情况

2021年4月制定的“双（三氟甲磺酰）亚胺锂中杂质的检测”标准开始征求意见，征求单位包括：江西国化实业有限公司、芜湖纽科伦医药科技有限公司、荣成青木高新材料股份有限公司、河北工程大学、上海康拓化工有限公司、山东省标准化研究院等共计6家，共征集意见5条，均按照意见对标准做了相应的修改，见“征求意见汇总处理表”。

六、重大分歧意见的解决过程和结果

无重大分歧意见。

七、采用国际标准和国外先进标准的情况

无。

八、与现行的法律、法规及国家标准、行业标准的关系

本标准为新制定标准，标准制定过程中依据国家法律、法规和有关标准规定，没有相互冲突的条款。

九、实施标准的要求和措施建议

标准实施后，应加强对使用单位的宣贯，特别是双（三氟甲磺酰）亚胺锂生产单位和使用单位，使其了解标准的内容，测定步骤，规范双（三氟甲磺酰）亚胺锂的生产和使用，做到有章可循。