|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 17.080 |
| CCS | |  | | --- | | D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.png CHBAS |   L 85 |

河北省标准化协会团体标准

T/CHBAS XXXX—2021

三氟甲磺酸锂中杂质的检测

Detection of impurities in lithium trifluoromethanesulfonate

2021 - XX - XX发布

2021 - XX - XX实施

河北省标准化协会  发布

1. 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。

本文件由河北省标准化协会提出并归口。

本文件起草单位：中船重工（邯郸）派瑞特种气体有限公司。

本文件主要起草人：张艳志、袁瑞玲、罗建志、何成、倪珊珊。

三氟甲磺酸锂中杂质的检测

* 1. 范围

本文件规定了99.9 %三氟甲磺酸锂的技术要求，包括99.9 %三氟甲磺酸锂的试验方法、检验规则及测定结果处理，标志、包装、贮运以及安全的要求。

本文件适用于99.9 %的三氟甲磺酸锂。该产品主要应用于动力电池、医药、化工等领域。

* 1. 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 601-2002 化学试剂标准滴定溶液的制备

GB/T 602-2002 化学试剂杂质测定用标准滴定溶液的制备

GB/T 603-2002 化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6678-2003 化工产品采样总则

GB/T 6680-2003 液体化工产品采样通则

GB/T 9729-2007 化学试剂氯化物测定通用方法

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

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）

GB/T 23945-2009 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法

* 1. 术语和定义

“本文件没有需要界定的术语和定义。”

* 1. 技术要求

外观

白色粉末。

三氟甲磺酸锂的质量应符合表1的指标要求。

表 1 三氟甲磺酸锂的质量指标要求

|  |  |
| --- | --- |
| 项目名称 | 规格 |
| 三氟甲磺酸锂纯度 | 99.9% |
| SO42-≤ | 50 ppm |
| Cl-≤ | 50 ppm |
| H2O≤ | 200 ppm |
| K≤ | 50 ppm |
| a≤ | 50 ppm |
| Fe≤ | 10 ppm |
| Pb≤ | 10 ppm |

表 1 三氟甲磺酸锂的质量指标要求(续)

|  |  |
| --- | --- |
| 项目名称 | 规格 |
| Na≤ | 10 ppm |
| Cu≤ | 1 ppm |
| Cr≤ | 1 ppm |
| Cd≤ | 1 ppm |
| 透过率（75%水溶液）≤ | 99 ppm |
| 色度（10%DME）≤ | 50 ppm |
| 浊度（10%DME）≤ | 50 ppm |
| 性状（10%水溶液） | 无色透明 |
| 1. 表中的纯度和含量均系质量分数。 | |

* 1. 水分含量的测定
     1. 原理

待测样品中水分参与碘对二氧化硫的氧化，第一步是与水反应，第二步是将第一步的产物亚砷酸-三氧化二砷络合物与甲醇反应，以促进第一步的反应。

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。

* + 1. 仪器与试剂

仪器： 卡尔费休水分仪。

* + 1. 测定条件

漂移值＜1.0 µg/s。

* + 1. 测定步骤

三氟甲磺酸锂水分检测在手套箱内完成：

1. 用烘好（55 ℃烘箱过夜）的塑料取样管取好样品约2 g～3g（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；
2. 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的仓门，快速拿出样品管，关上仓门；
3. 对水分仪进行预滴定，检测空白值小于1ppm；
4. 把准备好的样品管在天平上称重归零，水分仪按“start”键，从水分仪加样口把样品倒入水分仪内，再按“start”键，开始检测水分；
5. 把空样品管放入天平上，所显示的数值就是样品的重量，待水分仪发出蜂鸣声，把重量输入水分仪，测三次平行样取平均值，计算。
   * 1. 结果处理

记录测定结果，并重复测定，应至少平行测定三次，相对误差≤ 10 %。样品中水分含量取三次平行测定的算术平均值。

\*100%……………………………………（1）

* 1. 硫酸根含量的测定
     1. 原理

采用分光光度计法。用三氟甲磺酸锂的水溶液中微量硫酸根与氯化钡反应生成硫酸钡沉淀，然后在分光光度计420 nm波长下测定吸光度，计算出三氟甲磺酸锂中硫酸根的含量。

* + 1. 仪器及试剂

仪器：多功能水质分析仪。

试剂：浓氨水（优级纯以上）、稳定液、硫酸钾乙醇溶液、氯化钡溶液、硫酸钾标准溶液（7.256×10-2g/L）。

* + 1. 测定条件

检测波长：420 nm。

* + 1. 测定步骤
       1. 样品前处理

取三氟甲磺酸锂样品约10 g，放入洁净干燥的100 mL烧杯中，取样量记做m0，用高纯水溶解后，记为m1（样品溶液的总质量足以检测样品中的SO42-）。

* + - 1. 标准曲线的绘制

1. 用1.00 ml移液管在一系列（6个）25 mL比色管中分别加入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。然后再依次加入硫酸钾标准溶液（0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50）mL，用高纯水稀释至刻度，摇匀，静置5 min；
2. 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R2≥0.99，否则重新配制标准溶液。
   * + 1. 测定
3. 用1.00 ml移液管分别取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。然后再用移液管滴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为V2，然后用高纯水定容。摇匀，静置5 min；
4. 在波长420 nm下，用1cm厚度吸收池，测定吸光度。
   * 1. 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V1，按下式（2）计算硫酸根的含量：

………………………………………（2）

式中：

—样品中硫酸根的含量，10-6（g/g），ppm；

C1—硫酸钾标准溶液浓度，为7.265×10-2g/L；

V1—从标准曲线查得对应的硫酸盐标准溶液的体积，mL；

—样品的质量，；

m总—稀释后的样品溶液总质量，g；

V2—加入样品溶液的体积（取样量），mL；

96—硫酸根的分子量，g/mol；

174—硫酸钾的分子量，g/mol。

* 1. 氯离子含量的测定
     1. 原理

采用分光光度计进行分析。三氟甲磺酸锂极易溶于水，适量的三氟甲磺酸锂溶于水后，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430 nm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。

* + 1. 仪器与试剂

仪器：可见分光光度计；

试剂：硝酸溶液（超净高纯）（1+4）：

硝酸银溶液（8.5 g/L）；

氯化钠标准溶液（含氯0.010 mg/mL，现用现配）。

* + 1. 测定条件

检测波长430 nm。

* + 1. 测定步骤

1. 标准曲线

移取0.010 mg/mL Cl-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，加入1mL硝酸溶液酸化，再加1mL硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀，暗处放置10 min。

1. 样品配制
   1. 体积法：于100 mL聚乙烯容量瓶中，加入约一半高纯水。用移液管准确移取体积为V0的样品加入上述容量瓶中，塞紧瓶塞，摇匀，待瓶内的雾气消失后，用高纯水定容至容量瓶刻度（V总），摇匀待用。适用于液体且密度一定的样品；
   2. 重量法：于100 mL聚乙烯容量瓶中，加入约50 mL高纯水。称重记为m1，用移液管准确移取一定体积或一定重量的样品加入上述容量瓶中，塞紧瓶塞，摇匀，待瓶内的雾气消失后，称重，记为m2，用高纯水定容至容量瓶刻度，记为V总，摇匀待用。适用于所有样品。
2. 样品测定
   1. 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，摇匀。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V2，用水稀释至刻度。暗处静置10 min。
   2. 在430 nm波长下，用1 cm厚度吸收池，测定标准溶液和样品的吸光度。
      1. 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Cl-标准溶液的体积，记为V1，按下式（3）计算氯离子的含量。

………………………………………（3）

式中：

W—样品中氯离子的含量，10-6（g/g），ppm；

C1—氯离子标准溶液浓度，mg/ml；

V1—从标准曲线查得对应的氯离子标准溶液的体积，mL；

V2—稀释后的样品取样量，mL；

V总—稀释后的样品（容量瓶）总体积，mL；

m0—样品的质量，，样品的密度，V0为取得样品的体积，mL、或m0=m2-m1。

* 1. 金属粒子的测定
     1. 原理

采用电感耦合等离子体发射光谱法（ICPOES）进行测定。

* + 1. 仪器与试剂

仪器：ICPOES。

试剂： 2%HNO3。

* + 1. 测定条件
    2. 测定步骤
       1. 样品制备

1. 准确称取约10 g样品，用2%UP级HNO3溶解，然后转入100 mL容量瓶中，用2 %UP级HNO3清洗烧杯3次，每次洗液均转入容量瓶中，用2 %UP级HNO3定容，摇匀，待用；
2. 用移液枪分别移取100 ppm标液25 uL、50 uL、75 uL、100 uL于50 mLPE瓶中称量，样品溶液定容后称量，配成浓度0.05 ppm，0.10 ppm，0.15 ppm，0.20 ppm；
3. 用移液枪分别移取100 ppm标液0 uL、 25 uL、50 uL、250 uL、0.5 mL、2.5 mL于50 mLPE瓶中称量，用2 %UP级HNO3定容称量，配成浓度0 ppm，0.05 ppm，0.10 ppm，0.50 ppm，1.0 ppm，5.0 ppm。
   * + 1. 分析步骤
4. 点击iTEVA软件中的分析模块，单击“方法—新建”，设置参数；
5. 校正标准，在弹出的对话框中从低浓度到高浓度开始检测，直到所有标准点检测完毕，点击“完成”；
6. 外标法反测两个标准点，检查工作曲线准确性，检测完标准后要反测两个标准，再检测2 %HNO3，未检出，开始检测样品；仪器条件改变或连续检测10个样品要反测两个标准；
7. 检测样品。
   * 1. 结果处理

………………………………………（4）

式中：

X—样品中金属元素的含量，ppm；

Xi—样品溶液中第i种元素的检测结果，ppm；

m容—稀释后的样品溶液质量，g；

m—样品取样量，g。

* 1. 透过率的测定
     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。

* + 1. 仪器

仪器：分光光度计。

* + 1. 测定条件

波长660 nm。

* + 1. 测定步骤

1. 把干燥干净的100 ml玻璃烧杯放在天平上归零；
2. 向烧杯中加入样品30 g，再加入高纯水使总重到40 g（75 %水溶液），用玻璃棒把溶液摇匀；
3. 把分光光度计波长调到660 nm，档位调至 “透射比”；
4. 把比色皿用高纯水清洗干净，放入高纯水，沾干比色皿表面；
5. 放入检测槽内，盖上盖子，调“100 %”，仪器显示为100.0；
6. 取出比色皿，高纯水换成样品溶液，沾干，放入检测槽内。读数即为样品溶液的透过率。
   1. 色度的测定
      1. 原理

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。

* + 1. 仪器

仪器：分光光度计；

试剂：500黑曾单位铂-钴溶液；

DME

* + 1. 测定条件

测定波长：455 nm。

* + 1. 测定步骤
       1. 样品制备

取三氟甲磺酸锂约10 g左右放入干净的烧杯中，取样量记为m，用DME溶解后，记为m总。

* + - 1. 分析步骤

1. 标准曲线

按照500黑曾标准溶液符合的波长，用1 cm厚度比色皿，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。标准曲线每周做一次，若重新配制溶液或条件改变也需要做标准曲线。

1. 样品测定

在455波长处，用1 cm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H。

* + 1. 结果处理

………………………………………（5）

式中：

H—样品中色度的含量，H；

h—样品溶液中色度的检测结果，ppm；

m总—稀释后的样品溶液质量，g；

m—样品取样量，g。

* 1. 浊度的测定
     1. 原理

采用90°散射光原理。

* + 1. 仪器与试剂

仪器：浊度仪。

试剂：DME。

* + 1. 测定条件

仪器正常运行。

* + 1. 测定步骤
       1. 样品制备

取三氟甲磺酸锂约10 g左右放入干净的烧杯中，取样量记为m，用DME溶解后，记为m总。

* + - 1. 分析步骤

1. 在仪器屏幕上点击“校准”，校准浓度为：＜0.1，20，200，1000，4000NTU
2. 在浊度仪测量状态，把样品倒入干燥洁净的样品管，液面到箭头处，注意样品管外面不要粘上样品溶液。检测样品。
   * 1. 结果处理

…………………………………………（6）

式中：

X—样品中浊度，NTU；

Xi—样品溶液中浊度检测结果，NTU；

M总—稀释后的样品溶液质量，g；

M—样品取样量，g。

