

ICS 71.060.50  
CCS G 17

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC XXXX—XXXX

工业用二氟草酸硼酸锂

Lithium difluoroxalato borate for industrial use

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 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。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：深圳市研一新材料有限责任公司、深圳新宙邦科技股份有限公司、江苏华盛锂电材料股份有限公司、荣成青木高新材料有限公司、广州天赐高新材料股份有限公司、江苏泰际材料科技有限公司、杉杉新材料衢州有限公司、福建创鑫科技开发有限公司、山东永浩新材料科技有限公司、湖南法恩莱特新能源科技有限公司、天祝宏氟锂业科技发展有限公司、中国化工情报信息协会、中质标研（北京）标准化服务中心。

本文件主要起草人：岳敏、钱韞娴、陆海媛、王晓玲、范伟贞、陶慧平、朱学全、肖武三、牛超、邵俊华、蔡元礼、刘俊、王凯、史锴、袁晓光、刘瑞星、沙真和、王莉、范超君、叶志松、潘立宁、吴茂祥、孔东波、王亚洲、吕福祿、刘宇、贾慧、徐辉丽、张长安、姚建国。



# 工业用二氟草酸硼酸锂

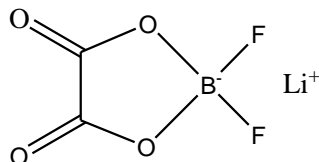
**警示**——本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件规定了工业用二氟草酸硼酸锂的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于以氟化盐、草酸化合物为原料生产的工业用二氟草酸硼酸锂的生产，该产品主要用于锂电池电解液。

分子式： $C_2BF_2LiO_4$

结构简式：



相对分子质量：143.767（按2022年国际相对原子质量）

## 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 190 危险货物包装标志
- 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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限值的表示和判定
- GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法
- GB/T 19282-2014 六氟磷酸锂产品分析方法
- GB/T 23942-2009 化学试剂 电感耦合等离子体发射原子光谱法通则
- GB/T 33087 仪器分析用高纯水规格及试验方法
- HJ 1075-2019 水质浊度的测定 浊度计法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**浊度 turbidity**

也称浑浊度，是由于水中对光有散射作用的物质存在，而引起液体透明度降低的一种量度。水中悬浮及胶体微粒会散射和吸收通过样品的光线，光线的散射现象产生浊度，利用样品中微粒物质对光的散射特征表征浊度，测量结果单位为NTU（散射浊度单位Nephelometric Turbidity Units）。

## 3.2

## 浊度计 turbidimeter

利用一束稳定光源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强度与样品的浊度在一定范围内成比例关系。

## 4 技术要求

工业用二氟草酸硼酸锂的技术要求应符合表1的规定。

表1 工业用二氟草酸硼酸锂的技术要求

项 目		指 标	
外观		白色粉末	
含量, w/%	≥	99.50	
水分/(mg/kg)	≤	400	
游离酸(以 HF 计)/(mg/kg)	≤	500	
不溶物/(mg/kg)	≤	3000	
氯含量(以 Cl <sup>-</sup> 计)/(mg/kg)	≤	5	
硫酸根(以 SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> 计)/(mg/kg)	≤	50	
浊度(1% emc 溶液)/(NTU)	≤	4	
金属离子	K/(mg/kg)	≤	10
	Ca/(mg/kg)	≤	10
	Na/(mg/kg)	≤	10
	Fe/(mg/kg)	≤	10
	Pb/(mg/kg)	≤	10
	Cr/(mg/kg)	≤	10
	Ni/(mg/kg)	≤	10

## 5 试验方法

警示：试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

## 5.1 一般规定

本文件除另有规定，所用试剂均为分析纯试剂；试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。试验用水应符合GB/T 6682中三级水的规定，离子色谱及电感耦合等离子体原子发射光谱分析用水应满足GB/T 33087要求。

## 5.2 外观检查

在手套箱中，取适量样品于称量纸上，在自然光或日光灯下目测。

## 5.3 二氟草酸硼酸锂含量的测定

## 5.3.1 方法提要

以100%为产品含量的最高值。采用差减法，扣除水分、游离酸、不溶物、氯离子、硫酸根以及产品规格中被测金属元素的含量为产品的含量。

## 5.3.2 结果计算

工业用二氟草酸硼酸锂的含量 $\omega_1$ ，以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

$$\omega_1 = 100\% - (\omega_2 + \omega_3 + \omega_4 + \omega_5 + \omega_6 + \omega_7)/1000000 \dots \dots \dots (1)$$

式中:

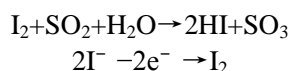
- $\omega_2$ ——试样中水分含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $\omega_3$ ——试样中游离酸含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $\omega_4$ ——试样中不溶物含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $\omega_5$ ——试样中氯离子含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $\omega_6$ ——试样中硫酸根含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $\omega_7$ ——试样中各被测金属元素含量相加所得值,单位为毫克每千克(mg/kg);
- 100%——产品含量的最大值。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果保留到小数点后二位。

## 5.4 水分的测定

### 5.4.1 方法提要

试样中的水分被加热汽化并被载气带出进入库伦法水分测定仪,水分与卡尔费休试剂中的碘和二氧化硫发生定量反应,反应式为:



参加反应的碘分子数等于水的分子数,电解生成的碘与所消耗的电量成正比,依据法拉第定律,用消耗的电量得出水的量。

### 5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 库伦法水分滴定试剂。

5.4.2.2 高纯氮气:水分不高于3 mg/kg。

### 5.4.3 仪器和设备

5.4.3.1 卡尔·费休库伦法微量水分测定仪,与加热汽化装置联用。

5.4.3.2 分析天平:感量为0.0001 g。

5.4.3.3 手套箱:箱中水含量小于0.1 mg/kg。

### 5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 仪器设置:载气为氮气,流速80 mL/min,仪器平衡反应速率应小于5  $\mu\text{g}/\text{min}$ ,样品加热温度180  $^{\circ}\text{C}$ ,加热吹扫时间300 s。

5.4.4.2 于手套箱中准确称取0.5 g~1 g(精确至0.0001 g)样品,参考仪器说明书排布空白及试样,启动仪器分析水分,仪器自动扣减空白并报告试样中绝对水含量。

### 5.4.4.3 结果计算

水分 $\omega_2$ ,数值以mg/kg计,按式(2)计算:

$$\omega_2 = m_1/m \dots \dots \dots (2)$$

式中:

- $m_1$ ——水分仪测出的水分质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平均测定结果的差值应不大于其平均值的20%。

## 5.5 游离酸的测定

### 5.5.1 方法提要

采用三乙胺标准滴定溶液滴定试样中的游离酸，利用自动电位滴定仪指示滴定终点。

### 5.5.2 试剂和材料

- 5.5.2.1 三乙胺。
- 5.5.2.2 邻苯二甲酸氢钾：基准级。
- 5.5.2.3 碳酸甲乙酯：电子级，水分小于 30 mg/kg。
- 5.5.2.4 乙腈：水分小于 130 mg/kg。
- 5.5.2.5 水。
- 5.5.2.6 三乙胺标准滴定溶液： $c=0.01$  mol/L。

配制：称量三乙胺约 1.02 g（精确至 0.0001 g），转移至 1000 mL 容量瓶中，用碳酸甲乙酯稀释定容。准确称取 0.2 g（精确至 0.0001 g）邻苯二甲酸氢钾，用约 50 mL 水溶解，转移至 100 mL 的容量瓶中，定容，摇匀。取 5 mL 邻苯二甲酸氢钾溶液加入 50 mL 的水，在电位滴定仪上用新配制的三乙胺溶液滴定，标定三乙胺溶液浓度。

### 5.5.3 仪器和设备

- 5.5.3.1 自动电位滴定仪配置非水相 pH 指示电极。
- 5.5.3.2 分析天平：感量为 0.0001 g。
- 5.5.3.3 滴定杯：100 mL。

### 5.5.4 测定步骤

在滴定杯中称取 2.0 g~5.0 g 试样，（精确至 0.0001 g），用 60 mL 乙腈溶解稀释，在自动电位滴定仪上用三乙胺标准滴定溶液滴定。电位滴定仪根据电位突越判定终点，记录该样品的滴定体积。

### 5.5.5 结果计算

游离酸含量  $\omega_3$ （以 HF 计），以 mg/kg 表示，按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{c \times V \times 20.01 \times 1000000}{1000 \times m} \dots \dots \dots (3)$$

式中：

- $c$ ——三乙胺标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- $V$ ——试样滴定所消耗三乙胺标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；
- $m$ ——试样质量，单位为克（g）；
- 20.01——氢氟酸（HF）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- 1000000——换算系数；
- 1000——换算系数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的差值应不大于其平均值的 20%。

## 5.6 不溶物的测定

称量 5 g 试样（精确至 0.0001 g），加入 150 mL 碳酸甲乙酯溶剂，加热至 50 °C，并采用磁力搅拌助溶 30 min。

不溶物含量  $\omega_4$ ，以 mg/kg 表示，按照 GB/T 19282-2014 和 GB/T 9738 中的规定进行测定。

## 5.7 氯离子的测定

### 5.7.1 方法提要

以银电极为指示电极，用硝酸银标准滴定溶液滴定样品中的氯离子，以电位的“突越”点为滴定终点。根据终点所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积，计算出试样中氯离子的含量。



## 5.7.2 试剂和材料

- 5.7.2.1 无水乙醇。
- 5.7.2.2 硝酸：2 mol/L。
- 5.7.2.3 硝酸银标准滴定溶液： $c=0.002$  mol/L。

## 5.7.3 仪器和设备

- 5.7.3.1 自动电位滴定仪：精度 $\pm 2$  mv。
- 5.7.3.2 电极：银复合电极或同类型电极。
- 5.7.3.3 烧杯：100 mL。

## 5.7.4 分析步骤

称取 10.0 g（精确至 0.001 g）试样于 100 mL 烧杯中，加入 60 mL 无水乙醇溶解，继续加入 1 mL 硝酸（5.7.2.2），启动电位滴定仪，用硝酸银标准滴定溶液（5.7.2.3）滴定至终点，记录消耗的硝酸银标准滴定溶液体积。按相同步骤做试剂空白试验。

## 5.7.5 结果计算

氯离子的含量  $\omega_5$ ，以 mg/kg 表示，按照式（4）进行计算：

$$\omega_5 = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 35.45 \times 1000000}{1000 \times m} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $c$ ——硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- $V_1$ ——试样消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- $V_2$ ——空白消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- $m$ ——试样的质量，单位为克（g）；
- 35.45——氯的摩尔质量，单位克每摩尔（g/mol）；
- 1000000——换算系数；
- 1000——换算系数。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，计算结果保留到小数点后二位。两次平行测定体积（ $V_1$ 、 $V_2$ ）的绝对差值应不大于其平均值的10%。

## 5.8 硫酸根的测定

### 5.8.1 方法提要

采用离子色谱法。在离子色谱柱样品中分离待测阴离子，用电导检测器检测，以色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

### 5.8.2 试剂和材料

- 5.8.2.1 淋洗液：根据仪器型号和色谱柱说明书配制。
- 5.8.2.2 抑制剂：根据仪器型号及说明书配制。
- 5.8.2.3 硫酸根（ $\text{SO}_4^{2-}$ ）标准贮备液：100 mg/L。

### 5.8.3 仪器和设备

- 5.8.3.1 离子色谱仪：配备阴离子分析柱，电导检测器。
- 5.8.3.2 针式过滤器：5 mL注射器配置0.45  $\mu\text{m}$ 有机系针式滤头。
- 5.8.3.3 真空抽滤装置：使用直径50 mm、孔径0.45  $\mu\text{m}$  PVDF滤膜。
- 5.8.3.4 分析天平：感量0.00001 g。

5.8.3.5 移液枪：量程100  $\mu\text{L}$ 。

5.8.3.6 容量瓶：100 mL。

#### 5.8.4 测定步骤

##### 5.8.4.1 离子色谱分析条件

推荐的分离柱和典型色谱操作条件如表2所示。附录A中的图A.1和表A.1，其他能达到同等分离程度的色谱柱及操作条件均可使用。

表2 推荐的分离柱和典型色谱操作条件

项目	参数
分离柱	阴离子色谱柱 150 mm 或 250 mm
流速/(mL/min)	0.7
柱温/ $^{\circ}\text{C}$	30
进样体积/ $\mu\text{L}$	20

##### 5.8.4.2 硫酸根校准曲线的绘制

分别准确移取0.02 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL的硫酸根标准贮备液（5.8.2.3），用水定容至刻度，混匀。按质量浓度由低到高依次注入离子色谱仪进行测定，以峰面积为纵坐标，质量浓度为横坐标，绘制校准曲线。

##### 5.8.4.3 试样的测定

称取1.0 g试样，精确至0.00001 g，用水溶解并定容至100 mL，混合均匀，针式过滤。按照与绘制校准曲线相同的色谱条件，将试样注入离子色谱仪进行测定，以保留时间定性。根据被测硫酸根离子的峰面积，由校准曲线确定试样的硫酸根离子浓度。

#### 5.8.5 结果计算

硫酸根的含量 $\omega_6$ ，以mg/kg表示，按照式（5）进行计算：

$$\omega_6 = \frac{c \times V}{m} \dots \dots \dots (5)$$

式中：

$c$ ——通过校准曲线得出的试样中硫酸根的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

$V$ ——试样稀释后的体积，单位毫升（mL）；

$m$ ——称取试样的质量的数值，单位克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果的差值应不大于其平均值的20%。

#### 5.9 浊度的测定

按HJ 1075规定进行测定。

将试样用碳酸甲乙酯（EMC）溶解稀释成1%的溶液，测试溶液浊度。

#### 5.10 金属离子的测定

##### 5.10.1 方法提要

在具有耐氢氟酸进样系统的电感耦合等离子体发射光谱仪上采用工作曲线法测定试样中各金属元素的含量。

##### 5.10.2 试剂和材料

###### 5.10.2.1 水。

5.10.2.2 2%硝酸。

5.10.2.3 混和标准溶液：包含 K、Ca、Na、Fe、Pb、Ni、Cr，各元素浓度均为 100 mg/L。

5.10.2.4 高纯氩气：纯度不低于 99.999%。

### 5.10.3 仪器和设备

5.10.3.1 符合 GB/T 23942-2009 的规定的电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

5.10.3.2 耐氢氟酸进样系统。

5.10.3.3 分析天平：感量为 0.0001 g。

5.10.3.4 移液枪：量程分别为 100  $\mu$ L，1000  $\mu$ L。

### 5.10.4 测定步骤

#### 5.10.4.1 标准溶液的配制

分别移取混合标准溶液（5.10.2.3），并稀释至100 mL，配制各被测元素的系列标准溶液。

表3 各被测元素标准溶液配制表

被测元素	移取混合标准溶液的量/mL			
	0.05	0.10	0.30	0.50
钾	0.05	0.10	0.30	0.50
钙	0.05	0.10	0.30	0.50
钠	0.05	0.10	0.30	0.50
铁	0.05	0.10	0.30	0.50
铅	0.05	0.10	0.30	0.50
镍	0.05	0.10	0.30	0.50
铬	0.05	0.10	0.30	0.50

#### 5.10.4.2 试样制备

称取5 g试样，精确至0.1 mg，用2%硝酸定容至100 mL。目标元素含量过高可调整稀释比例后测试。同时准备空白样。

#### 5.10.4.3 仪器准备

按照仪器说明书调节仪器，各元素对应谱线波长见表4。

表4 推荐各元素对应谱线波长

元素	观察方向	波长/nm
钾	轴向	766.491
钙	轴向	422.673
钠	径向	588.992
铁	轴向	239.527
铅	轴向	283.305
镍	轴向	221.648
铬	轴向	284.325

#### 5.10.4.4 测定方法

建立序列，依次分析测定梯度标准溶液0.05 mg/kg、0.10 mg/kg、0.30 mg/kg、0.50 mg/kg的响应值，同时分析空白及待测试样。通过建立工作曲线，根据待测试样的响应可得到目标元素的含量。

#### 5.10.4.5 结果计算

被测元素的含量 $\omega_i$ ，以mg/kg表示，按照式（6）进行计算：

$$\omega_i = \frac{c_i \times V}{m} \dots \dots \dots (6)$$

式中：

$c_i$ ——由工作曲线上查得试样中各被测元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V$ ——试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值应不大于1 mg/kg。

### 6 检验规则

#### 6.1 出厂检验

本文件第4章规定的项目均为出厂检验项目，出厂检验每批进行一次。每批产品应由生产厂的质量检验部门进行检验，产品检验合格并附合格证方可出厂。

#### 6.2 组批

在原材料、工艺不变的条件下，以同一个干燥釜同批生产的产量为一批。

#### 6.3 采样

产品采样应按GB/T 6678、GB/T 6679的规定进行。取样应在手套箱中进行，排除空气和水分，采用氟化瓶包装。至少采取两瓶试样（100 g/瓶），一瓶由质量检验部门检验，另一瓶保存备查。

#### 6.4 判定

检验结果的判定采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件的技术要求时，则判定该批产品合格。检验结果中，如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中取样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

### 7 标志、包装、运输与贮存

#### 7.1 标志

工业用二氟草酸硼酸锂产品包装容器上应有清晰、牢固的标志<sup>1)</sup>，标志内容应包括产品名称、本文件编号、净含量、批号或生产日期、保质期、生产厂名称、厂址及GB 190规定的“腐蚀性物质”标签。

#### 7.2 包装

工业用二氟草酸硼酸锂产品使用清洁、干燥、密封塑料瓶包装，并充有氮气保护。应在真空手套箱或干燥房中包装和处理，包装规格为5 L塑料瓶，或根据客户的要求进行包装。

#### 7.3 运输

工业用二氟草酸硼酸锂产品运输时要轻装轻卸，防止日晒雨淋，避免剧烈震动和撞击。

#### 7.4 贮存

工业用二氟草酸硼酸锂产品应贮存于阴凉、干燥的库房内。

#### 7.5 保质期

在本文件规定的包装贮存条件下，工业用二氟草酸硼酸锂产品保质期自生产之日起一年。

---

1) 工业用二氟草酸硼酸锂的安全信息参见附录 B。

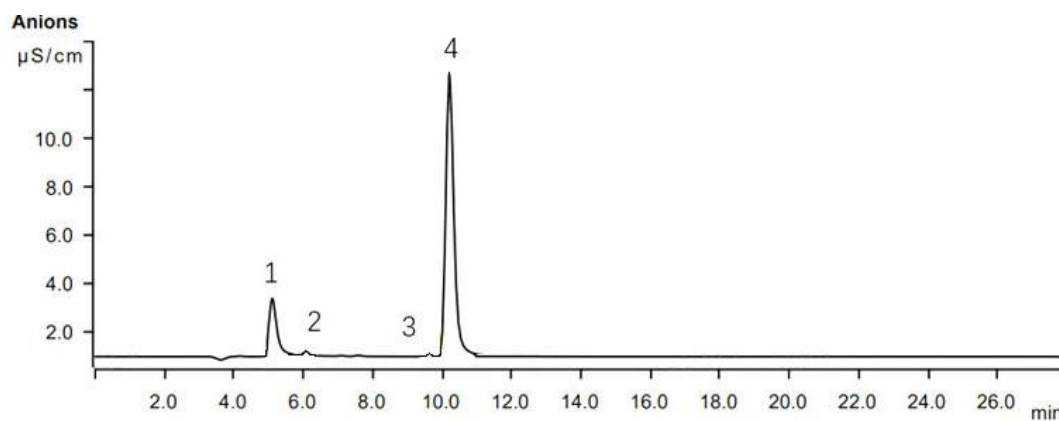
## 附录 A

(资料性)

## 二氟草酸硼酸锂的典型色谱图及各组分相对保留时间

## A.1 二氟草酸硼酸锂的典型色谱图

二氟草酸硼酸锂典型色谱图如图A.1所示。



标引序号说明：

1——氟离子；

2——氯离子；

3——硫酸根离子；

4——二氟草酸硼酸根离子。

图A.1 二氟草酸硼酸锂典型色谱图

## A.2 各组分相对保留时间

各组分相对保留时间见表A.1。

表 A.1 各组分相对保留时间

序号	组分名称	相对保留时间
1	氟离子	0.50
2	氯离子	0.59
3	硫酸根	0.94
4	二氟草酸硼酸根	1.00

附 录 B  
(资料性)  
安全信息

**B.1 危险警告**

工业用二氟草酸硼酸锂潮解性强，遇水分解产生氟化氢等腐蚀性物质，因此对工业用二氟草酸硼酸锂的包装、采样等操作时因在通风橱或相对湿度低于1%的手套箱内进行，并且操作人员应配戴必要的防护用品。

**B.2 危险性说明**

工业用二氟草酸硼酸锂吞咽、吸入有害，造成皮肤刺激，造成严重眼刺激。

**B.3 安全措施**

工业用二氟草酸硼酸锂使用时应处于通风良好处进行操作。穿戴合适的个人防护用品。避免接触皮肤和进入眼睛。如果溅到皮肤和进入眼睛，应用大量水冲洗，并就医。

**B.4 灭火及消防措施**

灭火时，应佩戴呼吸面具（符合MSHA/NIOSH要求的或相当的），并穿上全身防护服。在上风向、安全距离处、有充足防护的情况下灭火。

---

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到  
中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。  
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层  
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194

网址：[www.ciesc.cn](http://www.ciesc.cn)