

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXXX—202X

二氟磷酸锂

Lithium difluorophosphate

(送审稿)

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施



## 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。

请注意本文件的有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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：多氟多新材料股份有限公司、阳福新材料有限公司、湖北百杰瑞新材料股份有限公司、新疆有色金属研究所有限公司、广州天赐高新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：\*\*\*、\*\*\*、\*\*\*。



# 二氟磷酸锂

## 1 范围

本文件规定了二氟磷酸锂的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存以及订货单（或合同）内容。

本文件适用于以各种生产工艺生产的二氟磷酸锂。

## 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 190-2009 危险货物包装标志

GB/T 191-2008 包装储运图示标志

GB/T 6324.6-2014 有机化工产品试验方法 第6部分：液体色度的测定 三刺激值比色法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19282-2014 六氟磷酸锂产品分析方法

HJ 1075-2019 水质 浊度的测定 浊度计法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 技术要求

### 4.1 技术指标

产品技术指标应符合表1的规定，需方如对产品的化学成分有特殊要求时，可由供需双方商定。

表 1 二氟磷酸锂的化学成分和物理性能

项目	单位		指标（质量分数）/%
主含量（以 $\text{LiPO}_2\text{F}_2$ 计）	%	$\geq$	99.5
水分	$10^{-4}\%$	$\leq$	100
游离酸（以 HF 计）	$10^{-4}\%$	$\leq$	150
溶残	$10^{-4}\%$	$\leq$	3000
氯化物（以 Cl <sup>-</sup> 计）	$10^{-4}\%$	$\leq$	10
硫酸盐（以 $\text{SO}_4^{2-}$ 计）	$10^{-4}\%$	$\leq$	10
浊度	NTU	$\leq$	5
色度	Hazen	$\leq$	15

表 1 (续)

项目		单位		指标 (质量分数) /%
杂质 元素	铁 (Fe)	10 <sup>-4</sup> %	≤	10
	钠 (Na)	10 <sup>-4</sup> %	≤	10
	钾 (K)	10 <sup>-4</sup> %	≤	5
	钙 (Ca)	10 <sup>-4</sup> %	≤	5
	镁 (Mg)	10 <sup>-4</sup> %	≤	5
	镍 (Ni)	10 <sup>-4</sup> %	≤	5
	铬 (Cr)	10 <sup>-4</sup> %	≤	5
	铜 (Cu)	10 <sup>-4</sup> %	≤	5
	铅 (Pb)	10 <sup>-4</sup> %	≤	5
	锌 (Zn)	10 <sup>-4</sup> %	≤	5
	铝 (Al)	10 <sup>-4</sup> %	≤	5
	镉 (Cd)	10 <sup>-4</sup> %	≤	5

注：二氟磷酸锂主含量为 100% 减去表中除色度、浊度以外杂质实测值总和的余量。

#### 4.2 外观质量

二氟磷酸锂为白色粉末，无目视可见夹杂物

### 5 试验方法

#### 5.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682-2008 规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液，在没有注明其他要求时，均按 HG. T 3696.1、HG. T3696.2、HG. T3696.3 的规定制备。

#### 5.2 水分含量的测定

按 GB/T 19282-2014 中 3.7 规定的进行，将试剂改为卡尔费休试剂与甲醇的混合溶液。

#### 5.3 游离酸含量的测定

按 GB/T 19282-2014 中 3.9 规定的进行，其中将称样量改为称取 5 g 样品，精确至 0.0002 g。

#### 5.4 溶剂残留的测定

按附录 A 的规定进行。

#### 5.5 浊度的测定

称取 3 g 试样，精确至 0.002 g，加入 DME（乙二醇二甲醚）或 DMF（二甲基甲酰胺），至 60 g，超声 10 min。取部分溶液转移入试样瓶中，至刻度线，在浊度仪上测试。仪器读数即为试样的浊度，单位为 NTU，同时做空白试验。

## 5.6 色度的测定

称取3 g试样，精确至0.002 g，加入DME（乙二醇二甲醚）或DMF（二甲基甲酰胺），至60 g，超声10 min。取部分溶液转移入试样瓶中，至刻度线，在色度仪上测试。仪器读数即为试样的色度，单位为Hazen。

## 5.7 氯化物（以 Cl<sup>-</sup>计）的测定

按附录B的规定进行。

## 5.8 硫酸盐（以 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>计）的测定

按附录C的规定进行。

## 5.9 杂质元素含量的测定

按 GB/T 19282-2014 中 3.3 的规定进行。根据杂质元素的含量选择合适的稀释倍数，一般为 20 倍～30 倍。

## 5.10 外观检验

产品的外观质量采用目视检测法。

# 6 检验规则

## 6.1 检查与验收

6.1.1 产品应由供方或第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单（或合同）的规定。

6.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验，如检验结果与本文件及订货单规定不符时，应以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。属于外观质量的异议，应在收到产品之日起 15 天内提出；属于其他性能的异议应在收到产品之日起三个月内向供方提供，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样在需方，由供需双方共同进行。

## 6.2 组批

每批应由同一牌号的产品组成，每批重量不大于1 t。

## 6.3 检验项目

每批二氟磷酸锂产品均应进行化学成分和物理性能、外观质量的检验。

## 6.4 取样和制样

产品的检验项目和取样规定见表2。

表 2 取样规则

检验项目	取样规定	要求的章条号	试验方法的章条号
外观质量	采样单元数按照GB/T 6678的规定确定，生产厂可从生产线上密闭取样，每批产品取样量不少于100 g。对包装后成品采样时，采用清洁、	5.2	6
化学成分		5.1	6

	干燥的氟化瓶取样, 取样后的分装操作需在水含量小于0.005%的手套箱中进行。		
--	---	--	--

## 6.5 检验结果的判定

6.5.1 检验结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约, 并采用修约值比较法判定。

6.5.2 当化学成分检验结果中有一项不合格时, 应从该批产品 (包括原检验不合格的那件产品) 中另取双倍数量的试样进行重复试验。重复试验结果全部合格, 则判定该批产品合格。若重复试验结果仍有不合格时, 则判该批产品为不合格。

6.5.3 外观质量检验结果不符合本文件规定时, 判该批产品不合格。

## 7 标志、包装、运输、贮存及随行文件

### 7.1 标志

产品的外包装上应该注明:

- a) 产品名称;
- b) 批号;
- c) 净重;
- d) 本文件编号 (适用时);
- e) GB/T 191-2008 中规定的“怕雨”和“怕晒”标志。客户对标志有特殊要求时, 需双方进行协商。

### 7.2 包装

产品应在密闭、干燥的条件下进行包装。使用 112 L 不锈钢桶包装, 桶内充氮气, 桶内压力 0.04 MPa~0.08 MPa。采用 10 L 的 PE 壶包装, 外部采用铝塑膜袋抽真空包装。客户对包装有特殊要求时, 需经供需双方协商。

### 7.3 运输

产品在运输过程中应有遮盖物, 避免日晒, 严禁雨淋, 防止包装破损。

### 7.4 贮存

7.4.1 二氟磷酸锂应贮存在干燥库房中, 防止雨淋、受潮、日晒。

7.4.2 二氟磷酸锂在符合本文件规定的包装、运输、贮存条件下, 自生产之日起保质期不超过 6 个月。

### 7.5 随行文件

每批产品应附随行文件, 并在其上注明:

- a) 产品名称;
- b) 供方名称;
- c) 本文件编号 (适用时);
- d) 批号;
- e) 重量或件数;
- f) 出厂日期;

- g) 各项检验结果。
- h) 其它。

附录 A  
(规范性)  
溶剂残留的测定

### A.1 方法提要

在密封容器内，易挥发的残留溶剂在一定温度下扩散到液面上的气相中并达到气相/液相间分配浓度的动态平衡，取液上气体注入气相色谱中测定。

### A.2 试剂或材料

A.2.1 二甲基甲酰胺（DMF）：分析纯。

A.2.2 乙二醇二甲醚（DME）：分析纯。

### A.3 仪器设备

A.3.1 气相色谱仪。

A.3.2 顶空进样器：聚四氟乙烯材质，100 mL。

A.3.3 顶空进样瓶：20 mL。

### A.4 试验步骤

#### A.4.1 试料

称取约1.0 g试样，精确至0.0002 g。

#### A.4.2 平行试验

平行地做两份试验，取其平均值。

#### A.4.3 制备试样

A.4.3.1 将试样溶于 9.0 g 二甲基甲酰胺（DMF）溶剂中，摇匀使样品溶解完全，用滤头过滤入气相自动进样器配制的样品瓶中。

A.4.3.2 称  $50.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$  二甲基甲酰胺（DMF），按下表内规定量逐一称取加入丙烯酸乙酯（EA）、苯甲醚（RB）、乙二醇二甲醚（DME）试剂，根据每个组分实际加入质量，计算组分浓度。

如下表分别称取各种溶剂，添加二甲基甲酰胺（DMF）至 50 g，得到相应浓度的标准溶液。

表 A.1 外标曲线浓度

组分	EA	RB	DME
浓度 mg/kg	100	100	100
称样量 g	0.0050	0.0050	0.0050

注：各组分称样量特别低，可选用 10  $\mu\text{L}$  气相色谱的进样针（10  $\mu\text{L}$  约 0.01 g）移取，快速加入到二甲基甲酰胺（DMF）试剂中。

## A.4.3.3 气相色谱检测条件

表 A.2 仪器参数设置

项目	参数
色谱柱	HP-5 (30 m*0.32 mm*0.25 μm)
程序升温	100 °C保持 2 min, 10 °C/min 至 150 °C, 保持 3 min。
汽化室温度	270 °C
检测室温度	280 °C
色谱柱流量	0.8 mL/min
氢气流量	40 mL/min
空气流量	400 mL/min
尾吹气流量	25 mL/min
进样量	1.0 μL
分流比	60: 1

## A.4.4 测定

打开气相色谱仪，待仪器稳定后，打开仪器，待仪器稳定后，先进行溶剂试剂空白的测定，在图谱中查看杂质峰出峰情况，未发现干扰溶剂残留测试的成分或含量很低，继续检测待测液，检测完毕，查看图谱，比对试样和空白图谱，比对出试样中的溶剂残留峰，再使用已知成分溶剂与有机溶剂混合，测已知成分溶剂的出峰时间，判断溶剂残留的成分（EA、RB、DME 等），记录该溶剂残留峰的峰面积（mV·S）。

## A.5 结果计算

溶剂残留的含量以质量分数 $w_2$ 计，数值以（mg/kg）表示为：

$$w_1 = \frac{\rho_0 \times A_1 \times m_0}{A_0 \times m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $\rho_0$  —— 溶剂标准溶液的浓度，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $A_0$  —— 试样溶液的峰面积，单位为 mV·S；
- $A_1$  —— 标准溶液的峰面积，单位为 mV·S；
- $m_0$  —— 试样溶液的质量，单位为克（g）；
- $m_1$  —— 试样的质量，单位为克（g）。

附录 B  
(规范性)  
氯化物含量的测定

### B.1 方法提要

在微酸性的水或乙醇-水溶液中，用硝酸汞标准滴定溶液将氯离子转化为弱电离的氯化汞，用二苯偶氮碳酰肼指示剂与过量的 $\text{Hg}^{2+}$ 生成紫红色络合物来判断终点。测定范围为：

### B.2 试剂或材料

B.2.1 冰水：冷却至水温 $<4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.2 氢氧化钠：100 g/L。

B.2.3 溴酚蓝指示剂：1 g/L乙醇溶液。

B.2.4 硝酸：1+8。

B.2.5 二苯偶氮碳酰肼：5 g/L乙醇溶液。

B.2.6 硝酸汞标准滴定溶液： $C[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] \approx 0.005\text{ mol/L}$ 。

### B.3 仪器设备

B.3.1 烧杯：聚四氟乙烯材质，100 mL。

B.3.2 分析天平：精度能达到 $\pm 0.0001\text{ g}$ 。

### B.4 试验步骤

称取 $10\text{ g} \pm 2\text{ g}$ 试样（精确至 $0.0002\text{ g}$ ），快速置于已盛有100 mL冰水的塑料烧杯中溶解。加3滴溴酚蓝指示液，滴加氢氧化钠至溶液呈蓝色，再用硝酸调至恰呈黄色，并过量4滴，加入1 mL二苯偶氮碳酰肼指示液，用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液呈紫红色，同时做空白试验。

### B.5 结果计算

氯化物的含量以质量分数 $w_2$ 计，数值以（mg/kg）表示为：

$$w_2 = \frac{C \times (V - V_0) \times M}{m} \times 10^3 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C——硝酸汞标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V——滴定试样消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——滴定空白消耗硝酸汞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）；

M——氯的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=35.45$ ）。

取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绝对差值与算术平均值之比不大于30%。

附录 C  
(规范性)  
硫酸根含量的测定

### C.1 方法提要

在近中性条件下，钡离子与硫酸根离子生成难溶的硫酸钡，当硫酸根离子含量较低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体，使溶液浑浊，用5 cm比色皿于420 nm波长下比色。

### C.2 试剂或材料

C.2.1 无水乙醇。

C.2.2 氯化钡溶液：100 g/L（现用现配）。

C.2.3 硫酸盐标准贮备液10 μg/mL：准确移取5.00 mL硫酸盐标准溶液（1000 μg/mL），置于500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

### C.3 仪器设备

C.3.1 分光光度计：配备5 cm的石英比色皿。

C.3.2 烧杯：聚四氟乙烯材质。

C.3.3 分析天平：精度能达到±0.0001 g。

C.3.3 容量瓶：50 mL，聚四氟乙烯材质。

### C.4 试验步骤

#### C.4.1 试验溶液的制备

称取2 g试样，精确至0.0002 g，将试样倒入已盛有少量水的烧杯中，迅速摇动烧杯使试样完全溶解之后，将试样溶液过滤转移到50 mL容量瓶中，加入3 mL无水乙醇，2 mL氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀，室温静置20 min。

#### C.4.2 标准曲线的绘制

移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL硫酸盐标准贮备液，分别置于50 mL容量瓶中，加水至约30 mL，加3 mL无水乙醇，加2 mL氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置20 min，使用5 cm比色皿，在分光光度计上420 nm处，以水调零，测量溶液的吸光度。从每个标准比色溶液的吸光度减去空白溶液的吸光度，以硫酸盐质量（μg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

#### C.4.3 测定

在420 nm波长下，用5 cm比色皿，以水调零，测量溶液的吸光度。同时做空白试验。根据吸光度，从标准曲线上查出试验溶液中和空白试验溶液中硫酸盐的质量（μg）。

### C.5 结果计算

硫酸盐含量的质量分数 $w_3$ 计，数值以（mg/kg）表示为：

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_2$ ——试样测定时硫酸盐的含量，单位为微克 ( $\mu\text{g}$ )；

$m_1$ ——空白测定时硫酸盐的含量，单位为微克 ( $\mu\text{g}$ )；

$m_0$ ——试样的质量，单位为克 (g)。