

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:23752—2008

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4067—2008

## 六氟磷酸锂和六氟磷酸锂电池 第2部分:六氟磷酸锂电池

Lithium Hexafluorophosphate and Cell liquor of Lithium Hexafluorophosphate  
Part 2:Cell liquor of Lithium Hexafluorophosphate

2008-04-23发布

2008-10-01实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会发布

## 前　　言

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

HG/T 4066～4067—2008《六氟磷酸锂和六氟磷酸锂电池》分为两个部分：

——第1部分：六氟磷酸锂；

——第2部分：六氟磷酸锂电池。

本部分为 HG/T 4066～4067—2008 的第 2 部分。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准主要起草单位：天津化工研究设计院、天津金牛电源材料有限责任公司。

本标准主要起草人：郭凤鑫、王彦、刘幽若、郭西凤、孙新华、张丽红。

# 六氟磷酸锂电解液

## 1 范围

本标准规定了锂离子电池用六氟磷酸锂电解液的要求,试验方法,检验规则和标志、标签、包装、贮存、运输。

本标准适用于锂离子电池用不同溶剂体系的六氟磷酸锂电解液。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版本均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB 190—1990 危险货物包装标志
- GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1997)
- GB/T 605—2006 化学试剂色度测定通用方法(neq ISO 6353-1 : 1982)
- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法(idt ISO 6685 : 1982)
- GB/T 3051—2000 无机化工产品中氯化物含量测定通用方法 梅量法(neq ISO 5790 : 1979)
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696 : 1987)
- GB 12463—1990 危险货物运输包装通用技术条件
- GB/T 19282—2003 六氟磷酸锂产品分析方法
- GBZ 1—2002 工业企业设计卫生标准
- HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备
- HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备
- HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

## 3 要求

3.1 外观:无色透明液体。

3.2 六氟磷酸锂电解液应符合表1要求:

表1 要求

项 目	指 标
色度/黑曾	≤ 50
密度( $20^{\circ}\text{C}$ )/(g/cm $^3$ )	≥ — <sup>a</sup>
电导率( $25^{\circ}\text{C}$ )/(ms/cm)	≥ — <sup>b</sup>
水分 w/%	≤ 0.0020
游离酸(以 HF 计)w/%	≤ 0.0050
硫酸盐(以 SO <sub>4</sub> 计)w/%	≤ 0.0010

表 1(续)

项 目	指 标
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤ 0.000 1
铁(Fe)w/%	≤ 0.000 3
钾(K)w/%	≤ 0.000 1
钠(Na)w/%	≤ 0.001 0
a,b 根据供需双方协商确定。	

## 4 试验方法

### 4.1 安全提示

本试验方法中试样和使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,必须在通风橱中小心谨慎操作!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

### 4.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

### 4.3 色度

#### 4.3.1 方法提要

按一定的比例将氯铂酸钾、氯化钴和盐酸配成水溶液(铂-钴标准溶液),所得溶液的色调与待测样品的色调在多数情况下是相近的,用目视法比较样品与铂-钴标准溶液,可得出样品的色度。

#### 4.3.2 试剂和溶液

铂-钴标准溶液:50 黑曾;

配制:移取 10 mL 按照 GB/T 605—2006 配制的 500 黑曾单位铂-钴标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀。临用前配置。

#### 4.3.3 仪器、设备

比色管:50 mL。所选用的比色管玻璃颜色和刻线高度应基本相同。

#### 4.3.4 分析步骤

在湿度≤1 % 手套箱中,将试样注入比色管中,在白色背景下,沿比色管轴线方向用目测法与 50 黑曾的铂-钴标准溶液比较。试样颜色不得深于铂-钴标准溶液。

### 4.4 密度的测定

#### 4.4.1 方法提要

采用密度计法,在 20 °C 测定电解液的密度。

#### 4.4.2 仪器

4.4.2.1 密度计:测量范围  $1.15 \text{ g/cm}^3 \sim 1.36 \text{ g/cm}^3$ 。

4.4.2.2 标准温度计:最小分度值为 1 °C。

#### 4.4.3 分析步骤

将约 100 mL 样品放入干燥洁净的氟化瓶后密闭,置于( $20 \pm 0.5$ ) °C 的恒温水浴中,恒温 30 min 后,取出,擦干取样瓶外的水珠,在相对湿度≤1 % 的手套箱中打开取样瓶,将电解液倒入 100 mL 量筒中,缓缓插入清洁、干燥的密度计,使其自然下沉,不能与筒壁或筒底接触,保持密度计悬浮状态并且静止、无气泡冒出时,读取密度计与弯液面相切处的刻度,即为被测试样的 20 °C 密度( $\rho$ )。







4.11.2.3 钾标准溶液: 1 mL 溶液含钾(K)10 μg;

配制：用移液管移取 10 mL 钾标准贮备液(4.11.2.2)置于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

4.11.2.4 氯化铯溶液: 20 g/L;

称取 2 g 氯化铯(光谱纯), 置于 100 mL 烧杯中, 加适量的水使其溶解完全, 用水稀释至 100 mL, 摆匀。贮存于塑料瓶中。

#### 4.11.3 仪器设备

原子吸收分光光度计，配有钾空心阴极灯。

#### 4.11.4 分析步骤

#### 4.11.4.1 试样溶液的制备

称取约 5 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于铂坩埚中, 在通风橱内用电炉加热至白烟消失, 再加热 2 min, 冷却。加入 5 mL 盐酸在电炉上加热, 试样近干后冷却, 加入 2 mL 盐酸和适量的水溶解, 移入 100 mL 容量瓶中, 加入 2.5 mL 氯化铯溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀, 用原子吸收分光光度计测定试验溶液的吸光度。

#### 4.11.4.2 工作曲线的繪制

于5个100 mL容量瓶中,按表2分别钾标准溶液后,再分别加入2 mL盐酸、2.5 mL氯化铯溶液,稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光度计测定各溶液的吸光度,从各标准参比溶液得吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以各标准曲线溶液中钾的质量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表 2

容量瓶编号	1	2	3	4	5
钾标准溶液体积/mL	0	0.5	1.00	2.50	4.50
钾标准参比溶液钾的质量/ $\mu\text{g}$	0	5	10	25	45

#### 4.11.5 结果计算

钾含量以钾(K)的质量分数  $w_5$  计, 数值以%表示, 按公式(5)计算:

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得试样溶液中的钾的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——从工作曲线上查得空白溶液中的钾的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

*m*——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 05 %。

#### 4.12 钠(Na)含量的测定

#### 4.12.1 方法提要

在酸性条件下,采用原子吸收分光光度法在 589.0 nm 波长下测定溶液中的钠含量。

#### 4.12.2 试剂

#### 4.12.2.1 盐酸·优级纯。

4.12.2.2 钠标准溶液贮备液:1 mL 溶液含钠(Na)0.1 mg。

配制:用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.12.2.3 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)10 μg;

配制。用移液管移取 10 mL 钠标准贮备液(4.12.2.2)置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

#### 4.12.2.4 氯化铯溶液;20 g/L;

称取 2 g 氯化铯(光谱纯), 置于 100 mL 烧杯中, 加适量的水使其溶解完全, 用水稀释至 100 mL, 摆匀。贮存于塑料瓶中。

#### 4.12.3 仪器设备

原子吸收分光光度计；配有钠空心阴极灯。

#### 4.12.4 分析步骤

#### 4.12.4.1 试样溶液的制备

称取约 1 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于铂坩埚中, 在通风橱内用电炉加热至白烟消失, 再加热 2 min, 冷却, 加入 5 mL 盐酸在电炉上加热, 试样近干后冷却, 加入 2 mL 盐酸和适量的水溶解, 移入 100 mL 容量瓶中, 加入 2.5 mL 氯化铯溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀, 用原子吸收分光光计测定试验溶液的吸光度。

#### 4.12.4.2 工作曲线的绘制

于5个100 mL容量瓶中,按表3分别移取钠标准溶液,再分别加入2 mL盐酸、2.5 mL氯化铯溶液,稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光计测定各溶液的吸光度,从各标准参比溶液得吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以各标准参比溶液中钠的质量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表 3

容量瓶编号	1	2	3	4	5
钠标准溶液体积/mL	0	1	2	3	4
钠参比曲线溶液钠的质量/ $\mu\text{g}$	0	10	20	30	40

#### 4.12.5 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数  $w_6$  计, 数值以%表示, 按公式(6)计算:

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中钠的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——从工作曲线上查得的空白溶液中钠的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.0002%。

## 5 检验规则

5.1 本标准采用型式检验和常规检验。

5.1.1 型式检验：要求中所有指标项目为型式检验项目，正常情况下每一个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，必须进行型式检验：

- a) 更新关键设备或生产工艺。
  - b) 主要原料有变化。
  - c) 停产又恢复生产。
  - d) 与上次型式检验有较大的差异。
  - e) 合同规定。

5.1.2 常规检验：色度、密度、电导率、水分和游离酸含量为常规检验项目，应逐批检验。

## 5.2 生产厂用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的六氟磷酸锂电解液为一批

每批产品不超过 15 t。

**5.3** 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 200 mL。对包装后成品采样时,采用清洁、干燥的不锈钢瓶(容积 $\geq 250$  mL)取样,操作需在相对湿度小于 1 %的手套箱中进行。取样后立即旋紧瓶盖。瓶上注明:产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶密封,放在阴凉干燥处,保存时间由生产厂根据实际需要确定。

**5.4** 六氟磷酸锂电解液产品应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求。

**5.5** 检验结果有一项不符合本标准要求时,应重新自两倍量的产品中取样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

**5.6** 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

## 6 标志、标签

**6.1** 六氟磷酸锂电解液产品外包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190—1990 中规定的“有毒品”标志和 GB/T 191—2000 中规定的“怕雨”标志。

**6.2** 每批出厂的六氟磷酸锂电解液产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

## 7 包装、贮存、运输

**7.1** 六氟磷酸锂电解液应在密闭、干燥条件进行包装,包装采用符合 GB 12463—1990 的严格密封的不锈钢桶包装,内充惰性气体(高纯氮气、氩气等)保护。每桶净重 20 kg 或 200 kg 或根据用户要求。

**7.2** 保持原包装桶完好和密闭性,置于阴凉、干燥以及具有良好通风环境的仓库内,禁止日光直接照射,如仓库内温度高于 40 ℃应采取降温措施。保质期为六个月,逾期检验合格仍可使用。使用时应在相对湿度 $\leq 1$  %的手套箱中打开,开封后立即使用。

**7.3** 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,运输按照《化学危险品安全管理条例》中的规定执行。

## 8 安全

**8.1** 电解液主要组分是碳酸酯类溶剂,属易挥发、易燃危险品,注意操作时应远离火源、防止静电。

**8.2** 六氟磷酸锂电解液易吸潮,遇水分解产生氟化氢等腐蚀性物质,因此对六氟磷酸锂电解液的包装密封,取样等操作时应在通风橱或在湿度低于 1 %的手套箱中进行,并且操作人员应配戴必要的防护用品。

**8.3** 在非正常操作时,如意外溅洒,为了避免吸入含氟化氢等腐蚀性气体,必要时应戴上必要的防护用品。

**8.4** 生产与使用六氟磷酸锂电解液的场所应符合 GBZ 1—2002。

**8.5** 生产场所和实验室应常备救护用品。

中华人民共和国  
化工行业标准  
**六氟磷酸锂和六氟磷酸锂电池液**

HG/T 4066~4067—2008

出版发行：化学工业出版社  
(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 1½ 字数 46 千字

2008 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025 · 0665

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---