

T/CWPDA

团 体 标 准

T/CWPDA XXXX—XXXX

电子级硼酸三乙酯

Electronic grade tributyl ethylborate

（征求意见稿）

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国西部开发促进会 发 布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 技术要求 1

 4.1 外观 2

 4.2 规格 2

 4.3 技术指标要求 2

5 试验方法 2

 5.1 试验环境 2

 5.2 外观检验 2

 5.3 金属离子的测定 2

 5.4 氯离子含量的测定（离子色谱法） 4

 5.5 色度的测定 错误！未定义书签。

 5.6 水分的测定 4

 5.7 主含量检测 4

 5.8 颗粒数测定 5

6 检验规则 5

 6.1 组批 5

 6.2 抽样 5

 6.3 检验分类 5

 6.4 判定规则 5

7 标志、包装、运输、贮存 5

 7.1 标志 6

 7.2 包装 6

 7.3 运输和贮存 6

8 安全要求 6

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。

本文件由中国西部开发促进会提出。

本文件由中国西部开发促进会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

电子级硼酸三乙酯

1 范围

本文件规定了电子级硼酸三乙酯术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及安全要求。

本文件适用于以提纯工艺生产，用于半导体掺杂、光刻胶、锂电池电解液、电子陶瓷等领域的电子级硼酸三乙酯。

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 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液制备
- GB/T 603 化学试剂 试剂及制品制备
- GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（铂—钴色号）
- GB/T 6324.8 有机化工产品试验方法 第8部分：液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 28159 电子级硼酸
- GB/T 35924 电子工业用化学品 颗粒度测定方法
- SJ/T 11637 电子化学品 电感耦合等离子体质谱法通则
- SJ/T 11638 电子化学品中颗粒的测试方法

3 术语和定义

3.1

电子级硼酸三乙酯 **electronic grade triethyl borate**
经多级精馏、吸附提纯工艺制备，痕量杂质、颗粒度满足电子制造领域要求的硼酸三乙酯产品。

3.2

金属纯度 **metal purity**
扣除全部金属杂质后，产品主体的质量分数，以“N（nine）”分级表示，用于表征产品的痕量金属洁净水平。

3.3

颗粒度 **particle size**
单位体积液体产品中，大于等于指定粒径的颗粒总数量，单位为个/mL。

4 技术要求

4.1 外观

无色透明液体，无悬浮物、无浑浊、无沉淀、无机械杂质。

4.2 规格

电子级硼酸三乙酯分为E1级、E2级、E3级共3个等级，其中E1级主要用于半导体掺杂、光刻胶行业、E2级主要用于锂离子电池电解液添加剂行业、E3级主要用于电子陶瓷行业。

4.3 技术指标要求

电子级硼酸三乙酯技术指标符合表1的要求

表1 电子级硼酸三乙酯技术指标

分析项目	E1级（超高纯半导体级）		E2级（高端电子级）			E3级		
有机纯度% $\geq$	99.99%		99.95			99.50		
氯离子（Cl ⁻ ） $\leq$	50 ppb		200			1000		
颗粒数 $\geq 0.2\mu\text{m}$ $\leq$	10 p/ml		—			—		
颗粒数 $\geq 0.3\mu\text{m}$ $\leq$	7 p/ml		—			—		
颗粒数 $\geq 0.5\mu\text{m}$ $\leq$	5 p/ml		20			—		
颗粒数 $\geq 1.0\mu\text{m}$ $\leq$	1 p/ml		5			50		
色度 $\leq$	5 Hazen		10 Hazen			20 Hazen		
水分 $\leq$	20 ppm		50 ppm			200 ppm		
纯度 $\geq$	99.9999995（8.5N）		99.99999（7N）			99.999（5N）		
金属杂质离子 PPb	铝（Al）	<0.2	铬（Cr）	<0.1	钼（Mo）	<0.05	锡（Sn）	<0.05
	银（Ag）	<0.05	铁（Fe）	<0.3	钠（Na）	<0.5	锶（Sr）	<0.05
	砷（As）	<0.11	镓（Ga）	<0.05	铌（Nb）	<0.2	钽（Ta）	<0.05
	金（Au）	<0.05	锗（Ge）	<0.05	镍（Ni）	<0.1	钍（Th）	<0.05
	钡（Ba）	<0.1	铪（Hf）	<0.05	铅（Pb）	<0.05	钛（Ti）	<0.05
	铍（Be）	<0.05	汞（Hg）	<0.1	钯（Pd）	<0.05	铊（Tl）	<0.05
	铋（Bi）	<0.05	铟（In）	<0.05	铂（Pt）	<0.05	铀（U）	<0.05
	钙（Ca）	<0.8	铱（Ir）	<0.05	铷（Rb）	<0.05	钒（V）	<0.05
	镉（Cd）	<0.05	钾（K）	<0.2	铯（Re）	<0.05	钨（W）	<0.05
	铈（Ce）	<0.05	锂（Li）	<0.05	铑（Rh）	<0.05	锌（Zn）	<0.05
	钴（Co）	<0.05	镁（Mg）	<0.2	锑（Sb）	<0.05	锆（Zr）	<0.05
	铜（Cu）	<0.1	锰（Mn）	<0.1	—	—	—	—
金属总杂质含量 $<$	5 ppb		100 ppb			10000 ppb		

5 试验方法

5.1 试验环境

本文件所用试剂在根据检测项目不同宜选择痕量金属级/UP高纯酸、离子色谱专用试剂等，所用水为GB/T 11446.1规定的EW-I级电子级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按照GB/T 601, GB/T 602, GB/T 603的规定配制。金属离子的测定、颗粒测定及其溶液的配制及样品的处理均需在不低于GB/T 25915.1中规定的ISO6级洁净室进行。

5.2 外观检验和色度

外观应按GB/T 12717中3.3的要求进行试验，将试样置于具塞比色管，自然光下目视观察。色度应按GB/T 3143规定的铂—钴色度标准比色法试验，结果以Hazen（哈森）单位表示。

5.3 金属离子的测定（挥干法）

5.3.1 原理

试样经加热挥干、硝酸消解后，引入电感耦合等离子体（ICP）高温电离，生成的金属离子进入质谱仪，按质荷比分离检测，信号强度与元素浓度成正比，由标准曲线定量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 5%硝酸溶液：在 500mLPFA 瓶中，按质量比 12.8:1 加入超纯水与 69%G6 级硝酸，混匀。容器清洗可用 G3 级硝酸，样品稀释、消解需使用 G6 级高纯硝酸。

5.3.2.2 调谐液：1 pg/L，由仪器供应商提供或者持证调谐溶液。

5.3.2.3 多元素标准储备液：10 μg/mL 的标准溶液，或者选取其他浓度的标准样品。

多元素标准工作液：以 10 μg/mL 多元素标准储备液为母液，在 100 mLPFA 小瓶中按质量比 96:1 加入 5% HNO_3 与混合标液（标液密度按 1.00 g/mL 计），配制成 100 ppb 标准工作液，摇匀备用，现用现配。

5.3.2.4 高纯氩气、氢气、氦气及仪器要求的其他气体，纯度不小于 99.999%。

5.3.2.5 无水无氧惰气气氛操作箱

5.3.3 仪器

电感耦合等离子体-质谱仪（ICP-MS）：符合 SJ/T 11637 中 6.1 的规定。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 仪器准备

仪器开机后，按照仪器使用说明书设置最佳工作条件。

5.3.4.2 样品前处理

1) 容器清洗：准备 100mLPFA 小瓶 2 支（样品测试用）、500mLPFA 大瓶 2 支（配液用），配套吹扫瓶、石英滴管需提前干燥洁净。用超纯水与 G3 级 5% HNO_3 对 PFA 容器循环清洗 3~5 遍；向样品瓶中加入约 5mLG6 级 5% HNO_3 （对比酸）润洗瓶壁后测样，各元素响应强度与对比酸基本一致即为清洗合格。倒出剩余硝酸，超纯水冲洗 1~2 遍备用。

2) 样品取样：将干燥吹扫瓶与石英滴管移入惰性气氛操作箱，吸取约 5g 硼酸三乙酯样品装入瓶内，密封后移出箱体。取样操作符合 GB/T 3723、GB/T 6680 规范要求。采用差减法称量样品净重，天平精度至 0.0001g。

3) 样品制备与消解

空白与加标样品：同步制备全流程空白试样；采用标准加入法时，向样品中依次加入 100 ppb 标准工作液，使加标终浓度分别为 0.2 ppb、0.5 ppb、1 ppb。

氮气辅助挥干：将样品置于加热板，150℃加热 40 min，通入 0.1 L/min 微量氮气辅助挥干溶剂。

消解定容：挥干后加入 G6 级 5%硝酸低温消解，冷却后定容至对应体积，超声 30 min 充分溶解残留金属离子，转移至洁净 PFA 瓶待测，同步做空白试验。

5.3.4.3 上机测试

1) 仪器准备

调用检测方法，连接雾化室，仪器点火预热 30 min，期间持续进超纯水，待仪器稳定后开始测试。

2) 标准曲线绘制

将系列浓度标准溶液依次进样，记录待测元素无离子干扰下最大丰度对应的电信号。每种浓度平行测定不少于 3 次，三次测定值相对偏差不大于 3% 时取平均值，以净电信号为纵坐标、元素含量为横坐标绘制标准曲线。

采用标准加入法时，先测空白样品，再按梯度依次加标测定，通过称重精准计算每次加标量与样品剩余量，构建标准曲线。

3) 样品测定

空白溶液与待测溶液在与标准溶液完全一致的条件下进样，记录各待测元素的净电信号。每份样品平行测定不少于 3 次，平行测定值相对偏差不大于 3% 时取平均值。

4) 数据处理

将样品净电信号代入标准曲线计算元素含量，扣除空白试样本底值，得到样品中目标元素的最终浓度。采用标准加入法时，需在数据集内完成样品类型标注并重新运算；高精度测试需额外扣除硝酸基底浓度。

5.3.4.4 试剂管理

- 1) 100 ppb 标准工作液有效期 2 周，需置于冰箱低温储存，到期重新配制。
- 2) PFA 容器清洗可使用 G3 级硝酸，样品消解、稀释环节必须使用 G6 级高纯硝酸，避免引入金属污染。

5.3.4.5 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的30%。

5.4 氯离子含量的测定（离子色谱法）

5.4.1 试验原理

试验溶液进入阴离子交换柱，经淋洗液洗脱，试验溶液中的氯离子在阴离子交换柱上发生离子交换，被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。一定的浓度范围内氯化物（以 Cl⁻ 计）的峰面积/峰高与组分浓度成正比，测定氯化物含量。

5.4.2 试剂

- 5.4.2.1 氯化钠标准溶液：选择与测定样品含量接近的标准溶液浓度。
- 5.4.2.2 试验用水：符合 GB/T 11446.1 中 EW-I 级要求。
- 5.4.2.3 试验步骤：参考 GB/T 28159 中 5.7 离子色谱法进行。

5.5 水分的测定

5.5.1 试验设备

所用微量水分测定仪应符合GB/T 26793规定。

5.5.2 试验方法

测定方法应按 GB/T 6324.8 中的规定执行，可采用其他等效的方法测定电子级硼酸三乙酯中水含量。当测定结果有异议时，以 GB/T 6324.8 规定的方法为仲裁方法。

5.6 主含量检测

5.6.1 试剂

- 5.6.1.1 0.1%酚酞指示剂
称取 0.1 g 酚酞溶于乙醇，用乙醇稀释至 100mL。
- 5.6.1.2 40%中性甘油
量取 400mL 甘油，600ml 水。
- 5.6.1.3 0.5mol/LNaOH 标准溶液
按照 GB/T 601 配制。

5.6.2 试验方法一

- 1) 称取约 0.6g 试样（精确至 0.0002g），注入 100ml 碘量瓶中，瓶中预先加入 40%的中性甘油 30mL，加入 0.1%酚酞指示液 2 滴，用 0.5mol/LNaOH 标准溶液滴定至微红色即可。
- 2) 结果计算：以质量百分数表示的硼酸三乙酯含量（X1）按下列公式计算：

$$X1 = \frac{c \times v \times 0.146}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C——NaOH 标准滴定溶液的摩尔浓度，mol/L。

v ——滴定试验溶液消耗 NaOH 标准滴定溶液的体积，mL。

0.146——每摩尔 CHOB 的质量，g。

m ——试样的质量，g。

3) 允许差：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值不大于 0.3%。

5.6.3 试验方法二（气相色谱法）

5.6.3.1 试验原理：试样在气相色谱仪中经毛细管色谱柱分离后，进入氢火焰离子化检测器（FID）产生响应信号，各组分按出峰顺序与保留时间定性，采用面积归一化法计算硼酸三乙酯的质量分数。

5.6.3.2 试验方法：采用峰面积或峰高定量，用面积百分比计算分析结果。将干净干燥的 GC 取样瓶送入惰性气氛操作箱中，直接接取硼酸三乙酯液体约 1.5mL 于取样瓶中，拧紧瓶盖，拿出手套箱。取样规则与安全应符合 GB/T 3723 和 GB/T 6680 中规定。

5.6.3.3 用微量进样针将待测样品注入气相色谱仪内，启动后等待谱图完成，硼酸三乙酯的有机纯度，按式(1)计算：

$$\varphi_i = \frac{A_i(h_i)}{A_s(h_s)} \times \varphi_s \dots\dots\dots (1)$$

式中：

φ_i ——样品中硼酸三乙酯的有机纯度；

$A_i(h_i)$ ——样品中硼酸三乙酯的峰面积或峰高；

$A_s(h_s)$ ——液体标准品中已知硼酸三乙酯的峰面积或峰高；

φ_s ——液体标准品中相应已知硼酸三乙酯的有机纯度。

5.7 颗粒数测定

按照SJ/T 11638规定的试验方法进行测定。

6 检验规则

6.1 组批

同一原料、工艺、批号为一批，每批≤5t。

6.2 抽样

洁净环境随机抽样，总量≥500mL，分两瓶，留样6个月。

6.3 检验分类

6.3.1 出厂检验

出厂检验项目：外观、主含量、色度、水分、颗粒数。

6.3.2 型式检验

有下列情况之一时，产品应进行型式检验：

- a) 新产品投产或者产品转厂生产时；
- b) 正常生产时，如结构、材料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时；
- c) 正常生产时，每三年进行一次；
- d) 产品长期停产一年及以上恢复生产时；
- e) 国家监督机构提出进行型式检验要求时。

6.4 判定规则

全部合格为合格不合格可加倍复检，复检之后还不合格，判定为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

标注名称、型号、净含量、批号、日期、保质期、单位、标准号、易燃、腐蚀、防潮、避光标识。

7.2 包装

7.2.1 包装储运的图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

7.2.2 产品采用 316L 不锈钢无缝焊接钢瓶（Mo 源瓶），内壁经电解抛光、超纯水循环清洗、高温烘干、惰性气体置换处理。瓶口配套高纯隔膜阀和不锈钢垫片进行密封，杜绝水汽、空气渗入造成产品水解。钢瓶外部应配套防震缓冲外包装。

7.2.3 每单瓶充装量预留安全膨胀空间，充装系数不高于 0.95，禁止满液充装。

7.3 运输和贮存

运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏；运输途中应严防日晒雨淋；搬运时应轻装轻卸，防止包装及容器损坏。硼酸三乙酯产品贮存地点应阴凉、干燥、通风，远离火源及其他危险品。

8 安全要求

易燃、腐蚀、遇水水解，禁接触水、酸、碱、氧化剂，操作在通风橱进行，佩戴护目镜、耐腐手套、防护服、口罩。泄漏用惰性材料吸附，按危废处理，消防用干粉、CO₂、泡沫，严禁直冲水接触立即大量清水冲洗15min以上就医。
