

T/DCB

中国电池工业协会团体标准

T/DCB XXXX—XXXX

锂离子电池用双氟磺酰亚胺锂

Lithium bis(fluorosulfonyl)imide for lithium-ion batteries

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

中国电池工业协会 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 分子式、相对分子量..... 1

5 技术要求..... 1

6 试验方法..... 2

7 检验规则..... 3

8 标志、包装、运输及贮存..... 3

附录 A（规范性） 氨基磺酸盐、氟磺盐含量测定..... 5

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××××提出。

本文件由××××归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

锂离子电池用双氟磺酰亚胺锂

1 范围

本文件规定了锂离子电池用双氟磺酰亚胺锂盐的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和储存。

本文件适用于固态双氟磺酰亚胺锂产品。该产品用作锂离子电池电解液的电解质盐和添加剂。

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 150.1-2011 压力容器 第1部分：通用要求

GB 150.2-2011 压力容器 第2部分：材料

GB 150.3-2011 压力容器 第3部分：设计

GB 150.4-2011 压力容器 第4部分：制造、检验和验收

GB 190-2009 危险货物包装标志

GB 191-2000 包装储运图示标志

GB/T 605-2006 化学试剂色度测定通用方法

GB/T 6678-2003 化工产品采样总则

GB/T 8170-2019 数值修约规则与极限数值的表示与判定

GB 12463-2014 危险货物运输包装通用技术条件

GB 19282-2014 六氟磷酸锂产品分析方法

HG/T 3696.2-2011 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式、相对分子量

——分子式： $\text{F}_2\text{NO}_4\text{S}_2 \cdot \text{Li}$ ；

——相对分子质量：187.072。

5 技术要求

5.1 外观：白色结晶或粉末。

5.2 双氟磺酰亚胺锂按本标准规定的试验方法检测，应符合表1的技术要求。

表1 技术要求

项目		指标	
		合格	一等
双氟磺酰亚胺锂 w%	$\geq$	99.5%	99.9%
水分 w%	$\leq$	0.0100	0.0050
游离酸（以 HF 计） w%	$\leq$	0.0100	0.0050
硫酸盐（以 SO_4^{2-} 计） (mg/Kg)	$\leq$	50	50

按 GB/T 19282—2014 中3.9的规定进行测定。

6.5 硫酸盐的测定

按 GB/T 19282—2014中3.4或3.6的规定进行测定，以3.4规定的离子色谱法为仲裁法。

6.6 氯化物的测定

按GB/T 19282—2014中3.4或3.5的规定进行测定，以3.4规定的离子色谱法为仲裁法。

6.7 氨基磷酸盐的测定

见附件A。

6.8 氟磷酸盐的测定

见附件A。

6.9 碳酸二甲酯（DMC）不溶物的测定

按 GB/T 19282—2014中3.8的规定进行测定。

6.10 阳离子含量的测定

按GB/T 19282—2014中3.3的规定进行测定。测定阳离子包括钠（Na）、钾（K）、铁（Fe）、钙（Ca）、铜（Cu）、锌（Zn）、镁（Mg）、镉（Cd）、铬（Cr）、镍（Ni）、铅（Pb）、砷（As）。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列规定：

a) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，正常情况下每1个月至少进行一次。

有下列情况之一时，必须进行型式检验：

- 更新关键设备和生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大的差异；
- 合同规定。

b) 要求中规定的外观、双氟磺酰亚胺锂、碳酸二甲酯（DMC）不溶物、水分、游离酸、硫酸盐、氯化物、钙、铁、钾、钠含量为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料、基本相同的生产条件、连续生产的双氟磺酰亚胺锂为一批。每批产品不超过5t。

7.3 采样单元数按照 GB/T 6678-2003 的规定确定。

- 于露点 $\leq -40^{\circ}\text{C}$ 环境下取样，不具备露点 $\leq -40^{\circ}\text{C}$ 环境条件时可用取样钢瓶进行密闭取样；
- 每批产品取样量不少于200g，保存于密闭样品瓶中；
- 样品瓶上注明产品名称、批号、采样日期和采样者姓名；
- 瓶供检验用，另一瓶用铝箔纸密封包装，放在阴凉、干燥处，保存时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 检验结果如果有一项不符合本标准要求，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。

7.5 采用 GB/T 8170-2019 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

8 标志、包装、运输及贮存

8.1 标志

8.1.1 产品外包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：

- a) 生产厂名、厂址；
- b) 产品名称；
- c) 净含量；
- d) 批号和生产日期；
- e) 保质期；
- f) 执行标准；
- g) “毒性物质”及“怕雨”和“怕晒”标志。

8.1.2 每批出厂的双氟磺酰亚胺锂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、净含量、批号或生产日期、保质期、执行标准。

8.2 包装

双氟磺酰亚胺锂应在密闭、干燥条件下进行包装。

——净含量不小于 25kg 的产品采用符合 GB 150.1~150.4 要求的不锈钢桶包装，不锈钢桶应耐压能力大于 0.6MPa，内充惰性气体(气压不小于 30kPa)，快接接头处应无腐蚀痕迹，并加防护盖；

——净含量不大于 10 kg 的产品采用耐腐瓶包装，外用铝塑膜袋抽真空包装；

——也可根据用户要求进行包装。

8.3 运输

在运输过程中不应倒置，并应有遮盖物，避免日晒、雨淋，防止包装破损。

8.4 贮存

8.4.1 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，避免日光直接照射。当仓库内温度大于 30℃时应采取降温措施。

8.4.2 双氟磺酰亚胺锂在符合本标准规定的包装、运输和贮存条件下，保质期为自生产之日起 6 个月。逾期检验合格仍可使用。

附录 A (规范性) 氨基磺酸盐、氟磺盐含量测定

A.1 范围

本方法适用于锂离子电池电解质双氟磺酰亚胺锂中氨基磺酸盐、氟磺酸盐含量的测定。

A.2 方法摘要

氨基磺酸盐、氟磺酸盐分别以氨基磺酸根、氟磺酸根计，用离子色谱法，在选定的色谱工作条件下，试样经离子色谱柱，使其中的各组分分离，通过电导检测器检测，采用外标法得到氨基磺酸根、氟磺酸根含量。

A.3 试剂

- a) 氨基磺酸：NH₂SO₃H，纯度≥99.9%；
- b) 氟磺酸钾：FSO₃K，纯度≥99.9%；
- c) 超纯水：电阻率≥18.2MΩ；
- d) 碳酸钠：Na₂CO₃，基准纯；
- e) 碳酸氢钠：NaHCO₃，基准纯；
- f) 硫酸：优级纯；
- g) 乙腈：≥99.95%。

A.4 仪器

- a) 离子色谱仪：具有耐氟化物腐蚀的分析系统；
- b) 检测器：电导检测器，或有其他同样功能的检测器均可；
- c) 色谱柱：色谱柱及操作条件见下表，其他能达到同等分离效果条件色谱柱及操作条件均可使用；
- d) 电子天平：精度 0.1mg 或 0.01mg；
- e) 注射器：1mL；
- f) 容量瓶：50、100mL；
- g) 式过滤膜：水系，13mm*0.22μm。

表A.1 色谱柱及典型操作条件

项目	要求
色谱柱	(AS22 4x250MM)，AG22 (4x50mm)
抑制器	连续自动电解再生膜阴离子抑制器或等效一致装置
检测器	电导检测器
进样体积	25μl
动相流速	1.0mL/min
流动相	碳酸钠/碳酸氢钠水溶液

A.5 试验步骤

A.5.1 淋洗液配置：准确称取0.4770g碳酸钠、0.1176g碳酸氢钠，放入200mL烧杯中，加100mL超纯水溶解，溶解后转移至1000mL容量瓶，容量瓶中加入280mL乙腈，使用超纯水定容至1000mL，放入超声波中超声10min，去除溶液内气泡后装入淋洗液瓶待用。

A.5.2 工作标准曲线配置：

A.5.2.1 NH₂SO₃-标准液配置：将氨基磺酸 2-3g 置于 120℃烘箱中干燥 2h，准确称取烘干后的氨基磺酸 0.0506g，用超纯水充分溶解后定容至 100mL，得到浓度 500μg/mL NH₂SO₃-溶液。

A.5.2.2 FSO₃-标准液配置：准确称氟磺酸钾 0.0698g，用超纯水充分溶解后定容到 100mL，得到浓度

500 $\mu\text{g/mL}$ FS03-溶液。

A. 5.2.3 NH₂SO₃-、FS03-混标曲线配置：分别移取 20mL 上述 500 $\mu\text{g/mL}$ NH₂SO₃-、NH₂SO₃-标准液，加到同一个 100mL 容量瓶中，加超纯水定容，配置成 100 $\mu\text{g/mL}$ 混标溶液，混匀。分别移取 0.2mL、0.5mL、1mL、2mL、5mL、10mL 混标溶液于 100mL 容量瓶中，用超纯水稀释到刻度摇匀，得到浓度为 0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准曲线。

A. 5.3 试样制备

减量法精确称量 1-1.5g 样品，精确到 0.0001g，置于 50mL 烧杯中，用低温超纯水（温度小于 4℃）溶解，溶解后用低温超纯水定容到 100mL，摇匀。

A. 6 测定

建立标准曲线及样品测试序列，依次进行标准曲线及样品测定。

A. 6.1 标准曲线测定：流动相速度调至 1.0mL/min，基线平稳后，使用 1mL 进样器，分别吸取 0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的混标溶液，通过针式过滤器，依次进样建立标准曲线，曲线线性关系达到 99.5% 以上方可进行试样测定。

A. 6.2 试样测定：标准曲线测定后，进 2 针纯水去除残留影响，然后将 A. 5.3 中样品在配置完成 5min 内，使用 1mL 进样器通过水系过滤头进样测试；序列中输入样品重量及稀释倍数，得到测试结果，平行测试两次，取平均值。

A. 7 试样结果计算依据：

A. 7.1 氨基磺酸盐含量以氨基磺酸根计，按公式 A.1 计算

$$W_1 = \frac{C_1 V_1}{m_1} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

C_1 ：由混标曲线得到的氨基磺酸根浓度数值，单位 $\mu\text{g/mL}$

V_1 ：试样溶液体积的数值，单位 mL；

m_1 ：试样质量，单位 g；

W_1 ：试样中氨基磺酸根含量，单位 ppm ($\mu\text{g/g}$)；

两次平行测试结果偏差 $\leq 0.02\%$ ，取其算数平均值为测试结果。

A. 7.2 氟磺酸盐含量以氟磺酸根计，按公式 A.2 计算

$$W_2 = \frac{C_2 V_2}{m_2} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

C_2 ：由混标曲线得到的氟磺酸根浓度数值，单位 $\mu\text{g/mL}$ ；

V_2 ：试样溶液体积的数值，单位 mL；

m_2 ：试样质量，单位 g；

W_2 ：试样中氟磺酸根含量，单位 ppm ($\mu\text{g/g}$)；

两次平行测试结果偏差 $\leq 0.02\%$ ，取其算数平均值为测试结果。