

制定《双氟磺酰亚胺钠》化工行业标准编制说明

(征求意见稿)

一、工作简况

(一) 任务来源

1、基本信息

根据“工业和信息化部办公厅工信厅科〔2024〕191号文《关于印发2024年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》”的要求，2026年5月完成《双氟磺酰亚胺钠》化工行业标准的制定工作，计划编号为：2024-0616T-HG。本标准由安徽新宸新材料有限公司、多氟多新材料股份有限公司、上海如鲲新材料有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司等共同起草。本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会负责技术归口。

2、简要情况

1) 产品概况

产品名称：双氟磺酰亚胺钠

分子式： $\text{Na}(\text{SO}_2\text{F})_2\text{N}$

相对分子质量：203.11（按2022年国际相对原子质量）

产品性质：双氟磺酰亚胺钠为白色至类白色结晶粉末，密度 $2.1\sim 2.3\text{g}/\text{cm}^3$ 。高温分解，分解温度 $>180^\circ\text{C}$ （ NaPF_6 约 70°C ）。易溶于碳酸酯类（EC/DMC/EMC）、乙腈、DMF等极性溶剂），在高浓度（ $>3\text{M}$ ）时仍能保持低粘度。微溶于水（会迅速水解）。

遇水剧烈分解生成HF、 H_2SO_4 和 NH_3 。因此，双氟磺酰亚胺钠需在干燥惰性气氛（如氩气）中储存。1M NaFSI/EC:DMC电解液， 25°C 时电导率约为 $8\sim 10\text{mS}/\text{cm}$ ，略低于LiFSI基电解液，但显著高于传统钠盐（如 NaPF_6 ）。低温性能优异， -20°C 时电导率可保持 $>3\text{mS}/\text{cm}$ 。

钠离子迁移数（ t_+ ）约 $0.4\sim 0.5$ ，优于 NaPF_6 （ $t_+\approx 0.3$ ），有助于提升电池倍率性能。

氧化稳定性：电化学窗口达 $4.5\text{V vs. Na}^+/\text{Na}$ ，适用于高压正极材料（如层状氧化物、聚阴离子化合物）。

还原稳定性：与钠金属负极兼容性较好，可抑制钠枝晶生长（需配合特定溶剂或添加剂）。

化学兼容性：对铝集流体腐蚀性较低（电压 $<4.2\text{V}$ 时无需额外涂层）。与硬碳负极适配性良好，促进稳定的SEI膜形成。

与溶剂的相互作用：在醚类溶剂（如DME、DEGDME）中形成弱溶剂化结构，降低钠离子脱溶剂化能。与氟代溶剂（如FEC）协同使用，可增强界面钝化能力。

对水分敏感性较低，微量水（ $<100\text{ppm}$ ）下副产物主要为惰性NaF和含硫化合物（如 $\text{Na}_2\text{SO}_3\text{F}$ ），腐蚀性远低于 NaPF_6 （生成HF）。

双氟磺酰亚胺钠的红外光谱主要吸收峰 1350cm^{-1} （S=O伸缩振动）、 1180cm^{-1} （S-N-S）、 740cm^{-1} （S-F）

产品用途：用于钠离子电池、锂离子电池，提升循环寿命和高温性能。

2) 生产方法

- a) 中间体合成：氟磺酰氟（ SO_2F_2 ）与氨反应：在低温（ -30°C 至 0°C ）下，将气态 NH_3 通入液态 SO_2F_2 中，控制摩尔比（ $\text{SO}_2\text{F}_2:\text{NH}_3 \approx 2:1$ ）。副产物处理：反应生成的 HF 需及时移除（如用碱液吸收），避免腐蚀设备。
- b) 中间体纯化：通过减压蒸馏或结晶法分离磺酰亚胺（ $\text{HN}(\text{SO}_2\text{F})_2$ ）。
- c) 中和反应：将磺酰亚胺与 NaOH 溶液在低温（ $0\sim 10^\circ\text{C}$ ）下缓慢混合， pH 控制在 $7 \sim 8$ 。
- d) 溶剂萃取：使用乙醚或乙酸乙酯萃取产物，分离水相。
- e) 干燥与浓缩：有机相经无水硫酸镁干燥后，减压蒸馏去除溶剂，得到粗品。
- f) 纯化与结晶：将粗品溶于无水乙腈，加热溶解后缓慢冷却结晶，重复 2~3 次以提高纯度。用冷乙醚洗涤晶体，真空干燥（ $60\sim 80^\circ\text{C}$ ，24 小时）至水分 $< 50 \text{ ppm}$ 。

3) 目的意义

钠离子电池作为一种新型的二次电池，近年来在新能源储存与转换领域引起了广泛关注。相比于已经商业化使用的锂离子电池，它具有以下特点：①相类似的充放电机制，充电过程中，正极材料发生氧化反应，失去电子，并脱出钠离子，电子通过外电路到达负极，同时钠离子也经过电解液迁移到负极，负极材料得到电子，并嵌入钠离子，发生还原反应，放电过程与充电过程相反。②相似的嵌插化学性质，钠与锂属于同主族元素，物理与化学性质相近，锂离子和钠离子可以在相似的材料结构中进行可逆的嵌入与脱出。③更低的资源成本，钠资源在地壳中的储量约 1%，广泛存在于海水中，而锂资源储量只有约 10ppm，且分布不均，70%集中在南美国家。

新型钠盐是储能钠电池研究发展的关键。能够显著改善电池性能的新型钠盐和特殊添加剂存在良好的发展机会和市场空间。双氟磺酰亚胺钠可用于钠离子电池电解液电解质，安徽新宸新材料、多氟多新材料股份有限公司、上海如鲲新材料有限公司是我国较早将双氟磺酰亚胺钠实现国内商业化量产的企业。与锂离子电池相比较，钠离子电池具备钠盐原材料储存丰富，价格低廉，能够降低电池成本；相同浓度的电解液，钠盐的导电率高于锂盐的 20% 左右；钠离子电池无过充放电特性，允许钠离子电池放电到零伏等优势。与传统电解质相比，双氟磺酰亚胺盐具有更高的热稳定性和耐水解特性，同时具有更高的离子导电性能，能有效提高钠离子电池的倍率性能和低温性能，使得钠离子电池的应用场景更为丰富，因此双氟磺酰亚胺钠目前的市场需求量也在不断攀升，成为近几年关注的热点。根据产品下游电池厂家用量情况，国内已有一些厂家开始生产。因此，为了促进产品的技术发展，提高产品品质，弥补行业空白，制定出适合生产厂家和客户需求的的双氟磺酰亚胺钠行业标准迫在眉睫。加快新产品，新技术转化为标准的步伐，促进新型钠离子电池行业的良性发展具有重要意义。

(二) 主要工作过程

1、起草阶段（2024.6~2025.3）

1) 起草工作组

由天津院、安徽新宸新材料、多氟多新材料股份有限公司、上海如鲲新材料有限公司等单位组成起草标准工作组。

2) 分工情况

天津院主要负责资料收集、编写文献小结、召开标准工作方案会、数据统计、编写标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。其他单位主要负责试验方法验证及数据累积工作。

3) 调查研究过程

天津院接到上级部门下达的制定标准计划，于 2024 年 6 月～2025 年 3 月进行了调研及资料准备工作。首先查阅了国内外标准及有关技术资料，并向生产、使用单位发函进行调查，广泛征求对标准修订工作的意见，在此基础上提出了文献小结。2025 年 3 月 18 日在天津市召开了标准工作方案会，参加会议的单位就各自的产能、生产工艺、产品质量和用户使用情况进行了介绍。与会代表就此标准的指标项目和指标参数、分析方法及检验规则、包装、贮存、运输等内容进行了深入、细致的讨论，提出了工作方案，并对各项工作任务及工作进度做了详细的安排。

4) 验证过程

起草工作组成员针对天津院提出的试验验证方案，进行了试验验证。

对比验证数据分析及验证评价（或结论）。

2、 标准征求意见阶段（2025. 7～2025. 8）

1) 广泛征求意见

在起草阶段工作基础上，由负责起草单位对工作组讨论稿进行了进一步的讨论和修改，其后提出标准草案征求意见稿及编制说明。于 2025 年 6 月开始向无机化工分技术委员会的委员、生产、使用及检验机构等单位发送了电子文件征求意见稿及编制说明，并在天津院官网上（www.trici.com.cn）公开征求意见。

2) 意见汇总反馈与处理

二、制定标准的原则和依据

1 制标原则

- 1) 积极采用国际标准和国外先进标准的原则；
- 2) 有利于促进技术进步，提高产品质量的原则；
- 3) 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
- 4) 符合用户要求，保护消费者利益、促进对外贸易的原则；
- 5) 遵循科学性、先进性、统一性的原则。

2 制标依据

- 1) 相关国行标、企业标准（见附表 1）；
- 2) 用户要求；
- 3) 生产厂家质量月报；
- 4) 生产厂家试验验证数据。

三、国内外标准概况

目前未收集到双氟磺酰亚胺钠相关的国外标准，国内标准收集到国内生产企业的企业标准。收集到的各标准对比如附表1，指标设置分别有主含量、水分、游离酸、硫酸根、氯、氟以及杂质金属阳离子。分析方法基本是采用了GB/T 19282—2014《六氟磷酸锂产品分析方法》。

四、标准主要内容及确定依据

1 警告

根据 GB 12268—2015 第 6 章的规定，本品属第 8 类腐蚀性物质，本次制定在标准正文之前增加警示语如下：

按 GB 12268—2015 第 6 章的规定，本产品属第 8 类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室的实践经验。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。

2 范围

本标准范围确定为：

本文件规定了双氟磺酰亚胺钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。本文件适用于双氟磺酰亚胺钠。

注：该产品主要用作钠离子电池电解液的电解质钠盐。

3 产品指标要求的确定

3.1 外观

根据产品形状，本标准产品外观确定为：白色至类白色粉末。

3.2 指标项目的确定

在指标项目设置时主要考虑了原料带入杂质、生产过程中引入的杂质，并且对电池行业产生不利影响的杂质。

此次制定标准设置的杂质指标有：氯化物、硫酸盐会影响电极寿命，金属杂质和不溶物会影响电池的充放电性能，这些指标项目在已有的电池原料中也是要求的重点项目，应该严格进行控制。

综合分析本标准确定的指标项目为主含量、水分、碳酸二甲酯（DMC）不溶物、游离酸、硫酸根、氯、钾、锂、镁、镍、铁、铅、锌、钙、铜、铬、镉和铝共 18 项指标。

3.3 指标要求的确定

本标准在指标要求方面主要依据标准参编单位提供产品应用数据（前期调研时制定标准意见和建议）以及网上公开的企业标准，各指标设置的理由和依据如下：

1) 主含量

网上公开的企业标准设置主含量，如鲲（山东）为不小于 99.50%，江苏卓邦为不小于 99.90%，本标准立项申请时，安徽新宸提出的主含量为不小于 99.50%，方案会上，经参会单位共同研讨，确定本标准中主含量为不小于 99.50%。

2) 水分、游离酸

水和游离酸的含量是相互关联的，两者是影响电池电解液性能最重要的因素。两者存在会影响电极表面 SEI 膜和电解液自身稳定性两个方面。

网上公开的企业标准、申报计划的草案中分别不得大于 100 mg/kg，方案会上经参会单位商讨，确定本标准中这两项指标都设定为不大于 100 mg/kg。由于这两项指标对产品质量影响较大，标准制

定过程中将作为重点关注项目指标，并结合后期对产品质量数据的进一步汇总，再考虑是否需要进行调整。

3) 碳酸二甲酯（DMC）不溶物含量

搜集到的企业标准没有涉及该项指标。但不溶物的存在会影响电池的充放电性能，该项指标是电池溶解质制备电池电解液的重要指标，本标准设定该指标为不大于 500 mg/kg。

4) 硫酸盐和氯化物含量

硫酸盐和氯化物含量会腐蚀电极，所以标准中分别进行限定，分别不得大于 50 mg/kg 和 10 mg/kg。此外，公开企标中还有对氟含量进行限定，但考虑到主含量为含氟有机钠盐，为此不对氟含量进行限定。

5) 12 项金属杂质要求

金属杂质会影响电池的充放电性能，在电解质盐和电解液都要进行限定。标准中设置了钾、锂、镁、镍等 12 项金属杂质含量指标要求。

综上所述，各项指标要求设置见表 1。

表 1 本次制定标准确定各项指标要求

项 目	指 标
主含量, w/%	≥ 99.5
水分, mg/kg	≤ 100
碳酸二甲酯（DMC）不溶物, mg/kg	≤ 500
游离酸（以 HF 计）, mg/kg	≤ 100
硫酸盐（以 SO ₄ 计）, mg/kg	≤ 50
氯化物（以 Cl 计）, mg/kg	≤ 20
钾（K）, mg/kg	≤ 10
锂（Li）, mg/kg	≤ 10
镁（Mg）, mg/kg	≤ 5
镍（Ni）, mg/kg	≤ 5
铁（Fe）, mg/kg	≤ 5
铅（Pb）, mg/kg	≤ 5
锌（Zn）, mg/kg	≤ 5
钙（Ca）, mg/kg	≤ 5
铜（Cu）, mg/kg	≤ 5
铬（Cr）, mg/kg	≤ 5
镉（Cd）, mg/kg	≤ 5
铝（Al）, mg/kg	≤ 5

4 试验方法的确定

本次制定标准各项目确定的试验方法可引用和参考的标准有 GB/T 19282—2014《六氟磷酸锂产

品分析方法》和 YS/T 1302-2019《动力电池电解质双氟磺酰亚胺锂盐》。部分试验方法试验验证数据见附件 2，本次试验验证重点对碳酸二甲酯（DMC）不溶物、水分、游离酸、硫酸盐和氯化物含量的测定方法进行验证，标准中的其他测定方法均经过同类产品标准中试验得到了验证，其测定结果基本能够满足测定要求，如金属阳离子的 ICP 法的测定等，本次制定标准没有再进行重复验证。

4.1 主含量测定

主含量的确定采用差减法，就是用 100%减去所有杂质，确定双氟磺酰亚胺钠的含量。

GB/T 19282—2014《六氟磷酸锂产品分析方法》和 YS/T 1302-2019《动力电池电解质双氟磺酰亚胺锂盐》均采用这一方法。

4.2 水分的测定

同类产品标准中水分的测定方法大多采用GB/T 19282—2014，该方法是采用了卡尔费休水分测定仪（库伦电量法）对水分进行快速测定。

目前搜集到的企标均是采用了GB/T 19282—2014, YS/T 1302-2019中水分测定方法也是采用的库伦电量法。

此次本标准制定确定引用GB/T 19282—2014，采用全自动水分测定仪（库伦电量法）进行测定。试验数据见表2。

表2 水分平行测定数据

平行测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8
水分 (mg/kg)	10.15	9.93	9.42	10.14	10.55	9.65	8.56	8.77
平均值 (mg/kg)	9.65							
相对标准偏差 (RSD)	7.21%							

从表 3 的试验数据分析，其结果的相对标准偏差（RSD）小于 10%，表明其方法的测定结果的一致性 or 重复性良好，该方法用于产品中水分的测定基本可行。

4.3 碳酸二甲酯（DMC）不溶物的测定

作为电池电极液的溶质应在特定的有机溶剂中具有良好的溶解性，这类溶剂在产品的制备和提纯中发挥着重要的作用。考虑到某些有机溶液的挥发性和气味儿对试验人员的影响较大，目前实际生产中 and 检验中大多以碳酸二甲酯（DMC）作为溶解测定产品的不溶物，此次制定标准采用 GB/T 19282—2014 中规定过滤膜装置进行抽滤，使得测定方法快速、准确。

目前搜集到企标和 YS/T 1302-2019 均直接引用了 GB/T 19282—2014。试验数据见表 3。

表3 碳酸二甲酯（DMC）不溶物含量平行测定数据

平行测定次数	1	2	3	4	5
DMC 不溶物含量	346.58	307.76	319.75	357.64	307.73
平均值	327.89				
相对标准偏差	6.27%				

(RSD)	
-------	--

从试验数据分析，该方法测定结果的相对标准偏差 RSD 小于 10%，表明其方法的测定结果的一致性或重复性良好，该方法用于产品中碳酸二甲酯（DMC）不溶物含量的测定基本可行。

4.4 游离酸的测定

通过控制测定溶液的温度，使得试样在测定过程中降低分解速度，通过快速酸碱滴定测定溶液中的游离酸。此次制定本标准直接引用 GB/T 19282—2014。

目前搜集到企标和 YS/T 1302-2019 都直接引用了 GB/T 19282—2014。试验数据见表 4。

表4 游离酸含量平行测定数据

平行测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8
游离酸含量 (mg/kg)	23.43	25.11	25.66	24.29	24.03	24.38	23.11	22.39
平均值 (mg/kg)	24.05							
相对标准偏差 (RSD)	4.42%							

从试验数据分析，该方法的 RSD 小于 5%，结果表明其方法的测定结果的一致性或重复性良好，该方法用于产品中游离酸的测定完全可行。

4.5 硫酸盐的测定

本次制定直接引用了GB/T 19282—2014中试验方法，采用的目视比浊法：在盐酸介质中，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，使溶液呈现的混浊程度，可用于判定硫酸盐含量的范围。

搜集到的企标都是直接引用了GB/T 19282—2014，YS/T 1302-2019采用紫外分光光度计绘制吸光度与硫酸盐含量曲线，根据试样溶液的吸光度查得结果，试验数据看出标准曲线的R虽为0.9998，但曲线仅仅选取了硫酸盐浓度从0.002mg/mL至0.012mg/mL。浊度本质是悬浮颗粒对光的散射（与波长、粒径、折射率相关），而紫外分光光度计测量的是入射光的总衰减（吸收+散射），无法直接区分散射光强度。

考虑到利用紫外分光光度计测定过程中，悬浊液的吸光度（A）实为表观吸光度，包含散射光损失，与浓度无明确线性关系。吸光度与BaSO₄浓度的关系受颗粒粒径、分布及聚集状态影响，无法直接应用朗伯-比尔定律（仅适用于均匀吸收体系）。

因此此次制定还是利用目视进行判定测定结果。如果引用仪器法可使用浊度计，由于采用浊度法尚需进行一定量的试验验证工作，最终是否采用还有待商榷。试验数据见表5。

表5 硫酸盐含量平行测定数据及对比数据

测定次数	检测方法	
	方法一：目视法	方法二：离子色谱
	mg/kg	mg/kg
1	20	23.09
2	20	16.43
3	20	18.46

4	22	19.17
5	22	22.15
平均值	20.8	19.86
标准偏差 (SD)	1.10	2.73
相对标准偏差 (RSD)	5.26%	13.76%

从表 5 的试验数据分析，目视比浊法测定结果的相对标准偏差 (RSD) 在 5% 左右，离子色谱测定结果的相对标准偏差 (RSD) 小于 20，结果表明标准中确定的硫酸盐测定方法其结果的一致性或重复性均较为理想，标准中采用的方法基本可行的。

4.6 氯化物的测定

本次制定直接引用了 GB/T 19282—2014 中试验方法，采用的目视比浊法：在硝酸介质中，氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时，在一定时间内氯化银呈悬浮体，使溶液混浊，可用于氯化物的目视比浊法测定。检测范围为 0.2 mg/L~4 mg/L(以 Cl 计)。

搜集到的企标都是直接引用了 GB/T 19282—2014。YS/T 1302-2019 如硫酸盐含量的测定，用紫外分光光度计，曲线仅选取了氯离子含量从 0.2 µg/mL 至 3 µg/mL。试验方法的缺陷如上述。试验数据见表 6。

表6 氯化物含量平行测定数据及对比数据

测定次数	检测方法	
	方法一：目视法	方法二：离子色谱
	mg/kg	mg/kg
1	5	2.38
2	5	2.67
3	5	2.30
4	5	1.88
5	5	1.48
平均值		2.242
标准偏差 (SD)		0.32
相对标准偏差 (RSD)		14.20%

从表 6 的试验数据分析，离子色谱测定结果的相对标准偏差 (RSD) 小于 20% (目视法只进行了不大于 5mg/kg 的限量比浊试验，未进行 RSD 统计)，结果表明标准中确定的离子色谱法测定氯化物含量，其结果的一致性或重复性均较为理想，标准中采用的方法基本可行的。

4.7 钾等 12 项金属杂质含量的测定

搜集到的企标都是直接引用了 GB/T 19282—2014，选用了电感耦合等离子体原子发射光谱法。YS/T 1302-2019 也直接引用了 GB/T 19282—2014。该方法 (ICP) 已广泛用于电池 (锂电、钠电) 材料中金属离子含量的测定，通过同类产品标准的试验验证，该方法对于电池材料中金属离子含量的测定完全可行。

5 检验规则

本标准规定的所有检验项目为出厂检验项目，应逐批检验。

每批产品不超过 20 t。

6 标志、标签及随行文件

根据产品性质，包装上应标识 GB 190 中规定的“腐蚀性物质”标签。

7 包装、运输、贮存

内包装采用干燥的高密度聚乙烯壶包装，外套铝箔袋热塑封口。每壶净重 $5\text{ kg} \pm 0.01\text{ kg}$ 。为 1 个独立小包装。将 7 个独立小包装装入硬纸板桶，组成为大包装，每桶净重不超过 $35\text{ kg} \pm 0.05\text{ kg}$

五、水平分析

本标准参考国内相关产品标准，结合下游用户的要求设置了指标项目、指标要求和分析方法。指标项目设置齐全，指标要求满足下游客户的使用要求。试验方法均采用常规、经典方法，经验证测定结果准确可靠，适合工厂分析要求。

综上所述，本标准达到国内先进水平。

附表 1:

国内标准指标对比表

项 目	《双氟磺酰亚胺钠》化工行业标准	如鲲（山东）新材料科技有限公司 Q/SDRC 0077-2025 双氟磺酰亚胺钠	江苏卓邦新能源科技有限公司 Q/ZBXNY 002-2024 双氟磺酰亚胺钠
主含量，w/%	≥	99.5	99.50
水分，mg/kg	≤	100	100
碳酸二甲酯（DMC）不溶物，mg/kg	≤	500	—
游离酸（以 HF 计），mg/kg	≤	100	100
硫酸盐（以 SO ₄ 计），mg/kg	≤	50	50
氯化物（以 Cl 计），mg/kg	≤	20	10
氟（F），mg/kg	≤	—	100
钾（K），mg/kg	≤	10	5
锂（Li），mg/kg	≤	10	—
镁（Mg），mg/kg	≤	5	5
镍（Ni），mg/kg	≤	5	5
铁（Fe），mg/kg	≤	5	5
铅（Pb），mg/kg	≤	5	5
锌（Zn），mg/kg	≤	5	2
钙（Ca），mg/kg	≤	5	5
铜（Cu），mg/kg	≤	5	—
铬（Cr），mg/kg	≤	5	2
镉（Cd），mg/kg	≤	5	5
铝（Al），mg/kg	≤	5	—
砷（As），mg/kg	≤	—	2