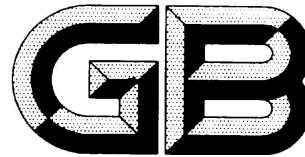


ICS 71.060.50
CCS G 12



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX—XXXX
代替 GB/T 33822-2017

纳米磷酸铁锂

Nano lithium iron phosphate

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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。

本文件代替 GB/T 33822-2017《纳米磷酸铁锂》，与 GB/T 33822-2017 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了规范性引用文件（见第2章）；
- b) 修改了术语“循环性能”“高温循环性能”（见3.8、3.9，2017年版的3.9、3.11）；
- c) 删除了术语“倍率性能”“高温放电性能”以及“低温放电性能”（见2017年版的3.8、3.10以及3.12）；
- d) 更改了“碳含量”“水分含量”“磁性物质”“松装密度”“振实密度”“比表面积”“粉末电阻率”“首次放电比容量”“库仑效率”“循环性能”“高温循环性能”的技术要求（见4.2.1、4.2.2、4.3.4、4.3.5、4.3.7、4.3.8、4.6.1、4.6.2、4.6.3和4.6.4，2017年版的4.2.1、4.2.2、4.3.4、4.3.5、4.3.6、4.3.7、4.6.1、4.6.2、4.6.4和4.6.6）；
- e) 将“体积电阻率”改为“粉末电阻率”；
- f) 将“金属离子溶出率”改为“铁离子溶出率”；
- g) 删除了“三价铁含量”“倍率性能”“高温放电性能”以及“低温放电性能”的技术要求（见2017年版的4.2.2、4.6.3、4.6.5和4.6.7）；
- h) 增加了“磁性异物”“压实密度”的技术要求（见4.2.2、4.3.6）；
- i) 更改了“碳含量”“水分含量”“循环性能”“高温循环性能”的检测方法（见5.2.6、5.2.7、5.6.3、5.6.4，2017年版的5.2.6、5.2.7、5.6.4和5.6.6）；
- j) 增加了“压实密度”“可磁化金属杂质颗粒数”的检测方法（见5.3.6和5.6）；
- k) 删除了“倍率性能”“高温放电性能”以及“低温放电性能”的检测方法（见2017年版的5.6.3、5.6.5和5.6.7）；
- l) 更改了表3的内容（见表3）；
- m) 更改了“检验结果判断”的要求（见6.5.2和6.5.3，2017年版的6.5.2和6.5.3）；
- n) 删除了附录（见2017年版的附录A和附录B）；
- o) 更改了附录（见附录A、附录E和附录F，2017年版的附录C、附录F和附录G）；
- p) 增加了附录（见附录B）。

请注意本文件的某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。

本文件由中国科学院提出。

本文件由全国纳米技术标准化技术委员会纳米材料分技术委员会(SAC/TC 279/SC 1)归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2017年首次发布为GB/T 33822-2017，2024年第一次修订；

——本次为第一次修订。

纳米磷酸铁锂

1 范围

本文件规定了纳米磷酸铁锂的术语和定义、技术要求、检测方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和订货单内容。

本文件适用于锂离子电池正极材料纳米磷酸铁锂的质量检验和产品验收。

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/T 1479.1 金属粉末 松装密度的测定 第1部分：漏斗法
- GB/T 5162 金属粉末 振实密度的测定
- GB/T 5314 粉末冶金用粉末 取样方法
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)
- GB/T 6388 运输包装收发货标志
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 18287 移动电话用锂离子蓄电池及蓄电池组总规范
- GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法
- GB/T 19587 气体吸附BET法测定固态物质比表面积
- GB/T 41232.2 纳米制造 关键控制特性 纳米储能 第2部分：纳米正极材料的密度测试
- GB/T 41232.6 纳米制造 关键控制特性 纳米储能 第6部分：纳米电极材料中的碳含量测定 红外吸收法（报批中）
- GB/T 41232.8 纳米制造 关键控制特性 纳米储能 第8部分：纳米电极材料中的水分含量测定 卡尔·费休库仑滴定法（报批中）
- GB/T 41704—2022 锂离子电池正极材料检测方法 磁性异物含量和残余碱含量的测定
- GB/T 42260 磷酸铁锂电化学性能测试 循环寿命测试方法
- GB/T 43092—2023 锂离子电池正极材料电化学性能测试 高温性能测试方法
- JCPDS¹ (40-1499) 磷酸铁锂X射线粉末衍射标准图谱

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

松装密度 apparent density

粉末在规定条件下自由充满标准容器后所测得的堆积密度，即粉末松散填装时单位体积的质量。

¹ Joint Committee on Powder Diffraction Standards（粉末衍射标准联合会）。

3.2

振实密度 tap density

在规定条件下容器中的粉末经振实后所测得的单位容积的质量。

3.3

比表面积 specific surface

单位质量或体积粉末的表面积。

3.4

粉末电阻率 volume resistivity

表示物质电阻特性的物理量。

3.5

pH 值 pH value

表示水溶液中酸碱性的特性。

3.6

比容量 specific capacity

单位质量的活性物质在规定条件下充电或者放电的电化学容量。

3.7

库仑效率 coulombic efficiency

活性物质在规定条件下首次放电容量与充电容量的百分比率。

3.8

循环性能 cycle performance

活性物质在规定条件下充放电循环1000次后，放电容量与首次放电容量的百分比率。

3.9

高温循环性能 high-temperature cycle performance

活性物质在45℃±2℃温度下，按规定进行循环放电的性能。

4 技术要求

4.1 外观

产品外观一般为灰黑色粉末，颜色均一，无结块。

4.2 化学成分

4.2.1 产品的化学成分应符合表1的规定。

表 1 纳米磷酸铁锂化学成分

化学成分		含量/%
主含量	Fe	34.0±2.0
	P	19.5±1.5
	Li	4.3±0.3
杂质含量 ^a		≤0.2
C		≤1.4
水分		≤0.1
^a 因需要掺杂的元素如 Mg、Mn 等不能视为杂质，其含量由供需双方协商确定。		

4.2.2 产品的磁性异物应符合表 2 的规定。

表 2 磁性异物

磁性异物 ^a 含量 (ppm)	≤2
可磁化金属杂质颗粒 ^b 个数 (pcs/kg)	≤95
^a 磁性异物通常为铁、铬、镍、锌的单质或化合物。 ^b 粒径不小于25 μm的可磁化金属杂质。	

4.3 物理性能

4.3.1 电镜平均粒径

供方应提供产品的电镜平均粒径分布图并附带电镜图，电镜平均粒径应小于100 nm。

4.3.2 二次团聚颗粒粒度分布

供方应提供产品二次团聚颗粒粒径分布图，其中 D_{max} 应不大于40 μm。

4.3.3 晶体结构

产品晶体结构应为橄榄石型结构，空间群为 $Pnmb$ 。XRD谱图典型特征应符合JCPDS(40-1499)。

4.3.4 松装密度

产品的松装密度应不小于0.3 g/cm³。

4.3.5 振实密度

产品的振实密度应不小于0.7 g/cm³。

4.3.6 压实密度

产品的压实密度应不小于2.0 g/cm³。

4.3.7 比表面积

产品的比表面积应不大于20 m²/g。

4.3.8 粉末电阻率

产品的体积电阻率应不大于80 Ω·cm。

4.4 pH 值

产品的pH值应在7.0~11.0范围内。

4.5 铁离子溶出率

产品按5.5的规定测得的铁离子溶出率应不大于150 mg/kg。

4.6 电化学性能

4.6.1 首次放电比容量

产品按5.8.1的规定，模拟电池0.1 C首次放电比容量应不小于155 mAh/g。

4.6.2 库仑效率

产品按5.8.2的规定，模拟电池0.1 C库仑效率应不小于95%。

4.6.3 循环性能

产品在25℃±2℃条件下，全电池以1C进行充放电循环1000次，第1000次的放电比容量应不低于25℃±2℃条件下首次循环放电比容量的90%。

4.6.4 高温循环性能

产品在45℃±2℃条件下，全电池以1C进行充放电循环800次，第800次循环放电比容量应不低于45℃±2℃条件下首次循环放电比容量的90%。

5 检测方法

5.1 外观

产品外观用目视法检查。

5.2 化学成分

5.2.1 铁含量的测定按照附录 A 的规定进行。

5.2.2 磷含量的测定按照附录 A 的规定进行。

5.2.3 锂含量的测定按照附录 A 的规定进行。

5.2.4 杂质含量的测定按照附录 A 的规定进行。

5.2.5 碳含量的测定按照 GB/T 41232.6（已报批）的规定进行。

5.2.6 水分的测定按照 GB/T 41232.8（已报批）的规定进行。

5.2.7 磁性异物含量按 GB/T 41704—2022 中 4.1 的规定或供需双方协商确定的方法进行测定，可磁化金属杂质颗粒数按照附录 B 的规定进行测定。

5.3 物理性能

5.3.1 电镜平均粒径

取纳米磷酸铁锂试样，以水和乙醇的混合液体(1+1)作溶剂，经超声波振荡仪分散后，取1滴~2滴滴于制样薄膜上，置于电子显微镜的样品台上，在约1万~10万放大倍数下，选择颗粒明显、均匀和集中的区域，用照相机摄下电子显微镜图。在照片上用纳米标尺测量不少于100个颗粒中每个颗粒的长径和短径，取算术平均值，可用计算机软件进行统计处理。

平均粒径 D 按式(1)计算：

$$D = \frac{\sum_n (d_l + d_s)}{2n} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

d_l ——颗粒的长径，单位为纳米(nm)；

d_s ——颗粒的短径，单位为纳米(nm)；

n ——量取颗粒的个数。

5.3.2 二次团聚颗粒粒度分布

产品二次团聚颗粒粒度分布的测定按照GB/T 19077的规定进行。

5.3.3 晶体结构

产品的晶体结构用X射线粉末衍射仪检测。

5.3.4 松装密度

产品松装密度的测定按照GB/T 1479.1的规定进行。

5.3.5 振实密度

产品振实密度的测定按照GB/T 5162的规定进行。

5.3.6 压实密度

产品压实密度的测定按照GB/T 41232.2的规定进行。

5.3.7 比表面积

产品比表面积的测定按照GB/T 19587的规定进行。

5.3.8 粉末电阻率

产品粉末电阻率的测定按照附录C的规定进行。

5.4 pH值

产品pH值的测定按照附录D的规定进行。

5.5 铁离子溶出率

产品的铁离子溶出率按照附录E的规定进行。

5.6 电化学性能

5.6.1 首次放电比容量

产品首次放电比容量的测定按照F.5.1的规定进行。

5.6.2 库仑效率

产品库仑效率的测定按照F.5.2的规定进行。

5.6.3 循环性能

产品循环性能的测定按照GB/T 42260的规定进行电池制作，在 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下，以1C进行充放电循环1000次，测试全电池第1000次循环放电比容量，循环性能以第1000次循环放电比容量占首次循环放电比容量的比率表示。

5.6.4 高温循环性能

产品高温循环性能的测定按照GB/T 43092中6.3的规定进行电池制作，在 $45\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下以1C进行充放电循环，测试全电池第800次循环放电比容量，高温循环性能以第800次循环放电比容量占首次循环放电比容量的比率表示。

6 检验规则

6.1 检查和验收

6.1.1 产品应由供方质量监督部门进行检验，保证产品质量符合本标准或订货合同的规定，并填写质量证明书。

6.1.2 需方可按照本标准的规定对所收到的产品进行验收，验收应在货到之日算起的1个月内进行。如有异议时，应以备用样重新检验，如仍有争议由第三方检测机构仲裁。

6.2 组批

产品应成批提交验收，每批重量不超过5 t。

6.3 检验项目

6.3.1 检验分类

本标准规定的产品检验分为：

- a) 逐批检验；
- b) 周期检验。

6.3.2 逐批检验

每批产品进行逐批检验。

6.3.3 周期检验

周期检验在正常生产情况下，每半年进行1次。当原材料或生产工艺发生重大变化时或长期停产恢复生产时应进行周期检验。

6.3.4 逐批检验和周期检验的项目及取样数量

逐批检验和周期检验的项目及取样数量见表3。

表 3 逐批检验和周期检验的项目及数量

检验项目	取样数量	要求的章条号	试验方法章条号	检验类别
外观	逐包	4.1	5.1	逐批检测
化学成分	每批 1 份	4.2	5.2	逐批检测
二次团聚颗粒粒度分布	每批 5 份	4.3.2	5.3.2	逐批检测
松装密度	每批 3 份	4.3.4	5.3.4	逐批检测
振实密度	每批 3 份	4.3.5	5.3.5	逐批检测
压实密度	每批 3 份	4.3.6	5.3.6	逐批检测
比表面积	每批 3 份	4.3.7	5.3.7	逐批检测
粉末电阻率	每批 3 份	4.3.8	5.3.8	逐批检测
pH值	每批 3 份	4.4	5.4	逐批检测
铁离子溶出率	每批 3 份	4.7	5.7	逐批检测
首次放电比容量	每批 3 份	4.8.1	5.8.1	逐批检测
库仑效率	每批 3 份	4.8.2	5.8.2	逐批检测
电镜平均粒径	每批 5 份	4.3.1	5.3.1	周期检测

检验项目	取样数量	要求的章条号	试验方法章条号	检验类别
晶体结构	每批 3 份	4.3.3	5.3.3	周期检测
循环性能	每批 3 份	4.8.4	5.8.4	周期检测
高温循环性能	每批 3 份	4.8.5	5.8.5	周期检测

6.4 取样方法

产品的取样方法按GB/T 5314的规定进行。

6.5 检验结果判定

6.5.1 产品的外观检验不合格时，判定该批产品不合格。

6.5.2 产品的化学成分、电镜平均粒径、二次团聚颗粒粒度分布 D_{max} 、晶体结构、松装密度、振实密度、压实密度、比表面积、粉末电阻率、pH 值、游离锂和铁离子溶出率的检验中有一项不合格，判定该批产品不合格。

6.5.3 模拟电池首次放电比容量、库仑效率、循环性能和高温循环性能的检验，按附录 H 规定的方法制成 6 支模拟电池，取 3 支进行电池试验，另外 3 支备用。如果有 1 支性能达到本标准要求，判定该批产品合格；如果没有一支达到本标准要求，用备份的 3 支电池重新进行试验，如果同样没有 1 支性能都达到本标准要求，判定该批产品不合格。

6.6 复验

检验结果如有一项不符合本标准要求时，则应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验。复验结果若有任一项指标不符合本标准要求，则判定该批产品不合格。

因需方管理不善而造成检验结果不合格时，应由需方负责。

7 标识、包装、运输、贮存

7.1 包装和标志

经检验合格的产品按 20 kg 或 25 kg 为一包装单位。内包装用铝塑包装袋包装，热塑密封后装入外包装纸桶或塑料桶中。铝塑包装表面不作标志，外包装纸桶或塑料桶上应贴有合格证，其上标明但不仅限于以下内容：

- a) 本标准编号；
- b) 产品名称；
- c) 批号；
- d) 公司商标及名称；
- e) 净重；
- f) 生产日期和检验日期；
- g) 检验人员姓名或代码。

注：也可以根据客户需求进行包装和标志设计。

7.2 运输和贮存

7.2.1 产品运输标识应符合 GB/T 6388 中运输包装收发货标志的规定。

7.2.2 产品适合在普通正常环境温度下，温度 ≤ 45 °C、相对湿度 $\leq 30\%$ 储存，仓库应保持通风、干燥。产品自生产之日起，在所要求的包装、储存条件下，保质期为 2 年。

7.2.3 产品堆放应整齐、清洁，注册商标、生产批号等标志应清晰辨认，严禁重压。

7.2.4 避免与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混存、混运。

7.2.5 贮存和运输过程中应保证产品的包装清洁和不破损，凡漏出包外的产品，不得返入包内。

7.3 质量证明书

每批产品应附有质量证明书，其上注明但不仅限于以下内容：

- a) 本标准编号；
- b) 供方名称、地址、电话、传真；
- c) 产品名称；
- d) 批号；
- e) 净重和件数；
- f) 分析检测结果和技术监督部门印记；
- g) 出厂日期。

8 订货单内容

本标准所列材料的订货单内容包括但不仅限于以下内容：

- a) 本标准编号；
- b) 产品名称；
- c) 规格型号或相关技术要求；
- d) 数量；
- e) 交货日期；
- f) 其他相关信息。

附录 A

(规范性)

纳米磷酸铁锂化学分析方法：锂、铁、磷、镍、铜、锌、锰、铬、镁、钙、钠、钾含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法

A.1 范围

本方法规定了锂离子电池正极材料纳米磷酸铁锂中锂(Li)、铁(Fe)、磷(P)、镍(Ni)、铜(Cu)、锌(Zn)、锰(Mn)、铬(Cr)、镁(Mg)、钙(Ca)、钠(Na)、钾(K)含量的测定方法。

A.2 方法提要

试样经盐酸溶解后，用电感耦合等离子体发射光谱法测定其中Li、Fe、P、Ni、Cu、Zn、Mn、Cr、Mg、Ca、Na、K含量。

A.3 试剂

A.3.1 盐酸(1+1)。

A.3.2 Li、Fe、P、Ni、Cu、Zn、Mn、Cr、Mg、Ca、Na、K标准贮存溶液：国家标准溶液，浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.3 Li标准溶液浓度为0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ ，Fe标准溶液浓度为0 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、6 $\mu\text{g/mL}$ 、9 $\mu\text{g/mL}$ ，P、Ni、Cu、Zn、Cr、Mg、Ca、Na、K标准溶液浓度为0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ ，Mn标准溶液浓度为0 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、6 $\mu\text{g/mL}$ ，均由标准贮存溶液(A.3.2)添加酸性基底（5 mL盐酸）逐级稀释而得到。

A.4 仪器

等离子体发射光谱仪测定Li、Fe、P、Ni、Cu、Zn、Mg、Cr、Ca、Na、K、Mn等元素含量的仪器参考工作条件、参数见表A.1。

表 A.1 等离子体发射光谱仪参考工作条件

元素名称	分析谱线波长 nm	功率 KW	等离子体流量 L/min	辅助气流量 L/min	雾化压 kPa
Li	670.783	1.1	15	1.5	240
Fe	259.940	1.1	15	1.5	240
P	213.618	1.1	15	1.5	240
Ni	216.555	1.1	15	1.5	240
Cu	223.009	1.1	15	1.5	240
Zn	202.548	1.1	15	1.5	240
Mg	279.553	1.1	15	1.5	240
Cr	267.716	1.1	15	1.5	240
Ca	396.847	1.1	15	1.5	240

Na	589.592	1.1	15	1.5	240
K	766.491	1.1	15	1.5	240
Mn	257.610	1.1	15	1.5	240

A.5 试样处理

A.5.1 纳米磷酸铁锂试样应事先在 $110\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下干燥3 h，并置于干燥器中冷却至室温。

A.5.2 称取3 g~5 g试样于250 mL玻璃烧杯中，加少量去离子水浸润试样后，加入浓盐酸30 mL，盖上保鲜膜放置30 min左右，将试样置于加热电炉中加热微沸30 min。

A.5.3 冷却后使用抽滤器抽滤、充分洗涤后，将滤瓶中滤液转移至250 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀后得到纳米磷酸铁锂储液。

A.6 分析步骤

A.6.1 按照A.5将试样处理完成。

A.6.2 调试好等离子体发射光谱仪及其附件的各种测量条件，将试液与标准溶液同时进行等离子体光谱测定。

A.7 结果分析

根据标准溶液的强度值，由计算机绘制工作曲线并计算出所测元素的质量分数。

附 录 B
(规范性)
可磁化金属杂质颗粒数

B.1 范围

本附录规定了纳米磷酸铁锂产品中可磁化金属杂质颗粒数的测试方法。

B.2 方法提要

试样分散在水中，以磁棒提取出样品中的磁性物质，收集磁性颗粒制作成载玻片，以清洁度自动分析系统测定试样中的可磁化金属颗粒数。

B.3 试剂及材料

- B.3.1 滚筒：规格为10 L。
- B.3.2 烧杯：规格为1 L。
- B.3.3 磁棒：规格为6000 GS和12000 GS。
- B.3.4 磁块：规格为6000 GS。
- B.3.5 搅拌机。
- B.3.6 热缩管：直径为25 mm。
- B.3.7 超声仪。
- B.3.8 盐酸（1+1）。
- B.3.9 微孔滤膜过滤器。
- B.3.10 滤膜：孔径为5.0 μm。
- B.3.11 滤膜保存盒：47 mm。
- B.3.12 载玻片：规格为60 mm × 60 mm。
- B.3.13 清洁度自动分析系统。

B.4 分析步骤

- B.4.1 准确称取约1.00 kg（精确到0.01 kg）样品，制作载玻片样品。
- B.4.2 在无粉尘、无明显空气对流的环境下，将干燥完毕的滤膜制片，开启清洁度自动分析系统，按照仪器操作规程进行扫描测试操作。

B.5 结果的表示

可磁化金属颗粒数按式（F.1）计算：

$$N = \frac{(a + b) \times 0.5 + c}{m} \dots\dots\dots (F.1)$$

式中：

N——可磁化金属颗粒数，单位为颗每千克（pcs/kg）；

a——尺寸在25 μm~50 μm范围内的金属颗粒数量，单位为颗（pcs）；

b——尺寸在50 μm~100 μm范围内的金属颗粒数量，单位为颗（pcs）；

c——尺寸≥100 μm的金属颗粒数量，单位为颗（pcs）；

m——样品的质量，单位为千克（kg）。

最终结果保留整数。

附 录 C
(规范性)
粉末电阻率

C.1 范围

本方法规定了锂离子电池正极材料纳米磷酸铁锂的电阻率测试方法。

C.2 试剂

C.2.1 纳米磷酸铁锂试样。

C.2.2 无水乙醇。

C.3 仪器

C.3.1 便携式四探针电阻率测试仪。

C.3.2 粉末压片机。

C.4 分析步骤

C.4.1 压片：称取1.00 g试样，装入压片机压片磨具中，用压片机进行压片，直径1.3 cm，在10 MPa的压力下保持1 min~2 min，然后放开油阀泄压，取下模具。

C.4.2 仪器校准：打开电阻率测试仪电源，电流档开关置于“1 mA”，“ ρ/R ”档置于“ ρ ”，“校准/测量”档选取“校准”档，将用无水乙醇擦拭干净的四探针头垂直压在片状试样上，调节粗/细调旋钮使屏幕显示62.8。

C.4.3 测量：将“校准/测量”档调至“测量”档，屏幕显示数值即为试样的电阻率值，单位为 $\Omega\cdot\text{cm}$ 。

C.5 结果的表示

读取测试值，精确到0.1 $\Omega\cdot\text{cm}$ 。

附录 D
(规范性)
pH 值

D.1 范围

本方法规定了锂离子电池正极材料纳米磷酸铁锂的pH值测试方法。

D.2 方法提要

将纳米磷酸铁锂粉末溶于无二氧化碳蒸馏水中，磁力搅拌半小时，静置半小时，取上清液用pH计测定其pH值。

D.3 试剂

D.3.1 无二氧化碳蒸馏水。

D.4 仪器

D.4.1 锥形瓶。

D.4.2 pH计。

D.4.3 分析天平：感量为0.000 1 g，使用前应校正。

D.5 分析步骤

D.5.1 称量10.00 g试样于锥形瓶中，放入90 mL的无二氧化碳蒸馏水，放入搅拌子，将锥形瓶封口，在磁力搅拌器上搅拌半小时。

D.5.2 搅拌完成后静置半小时，取上清液。

D.5.3 期间按操作说明对pH计进行校准，搅拌完后立即测试试样浆液pH值。

D.6 结果的表示

读取测试值，精确到0.1。

附 录 E
(规范性)
铁离子溶出率

E.1 范围

本方法规定了锂离子电池正极材料纳米磷酸铁锂的铁离子溶出率测试方法。

E.2 方法提要

将约5 g纳米磷酸铁锂试样溶于150 mL 0.008 mol/L盐酸中，搅拌30分钟，放到25℃±1℃的恒温水浴锅中计时2 h，过滤后于50 mL容量瓶定容，进行电感耦合等离子体发射光谱测试。纯水中每个试样做一个空白对照试验和平行试验。

E.3 试剂及材料

- E.3.1 浓硝酸：优级纯，质量分数为68%。
- E.3.2 纯水：应符合GB/T 6682中二级水或三级水的要求。
- E.3.3 铁元素标准贮存溶液：1000 μg/mL。
- E.3.4 盐酸标准溶液：1.0 mol/L。
- E.3.5 中速或慢速定量滤纸。
- E.3.6 保鲜膜。
- E.3.7 橡皮筋。

E.4 仪器与设备

- E.4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪或等同性能的仪器。
- E.4.2 分析天平：感量为0.0001 g，使用前应校正。
- E.4.3 玻璃烧杯：规格为100 mL、150 mL。
- E.4.4 容量瓶：规格为50 mL、100 mL。
- E.4.5 移液枪：规格为1 mL。
- E.4.6 玻璃漏斗：规格为75 mm~90 mm。
- E.4.7 量筒：规格为50 mL。
- E.4.8 数显磁力搅拌器。

E.5 溶液配置

E.5.1 标准溶液的配置。冷藏室取出铁元素标准贮存溶液（1000 μg/mL）在室温条件下恢复常温。用移液枪准确移取铁元素标准贮存溶液0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL，分别置于4个100 mL容量瓶中；再各加入5 mL硝酸后定容，摇匀后得到浓度梯度为1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL的铁标准溶液。

E.5.2 0.008 mol/L 盐酸的配置。将洁净干燥的150 mL烧杯放在天平上面，清零，向烧杯中加入99.2000g±0.0100g 纯水，再次清零。用3mL的塑料吸管加入0.8000g±0.0100g 1.0 mol/L盐酸标准试剂，放入1颗磁力搅拌子，将烧杯用PE膜封口后放到磁力搅拌器上，在转速880rpm条件下搅拌1min。

E.6 试样的处理

E.6.1 分别称取2份约5 g的纳米磷酸铁锂试样，做好标记。

E.6.2 将称好的试样轻轻倒入装有配制好的0.008 mol/L盐酸的150 mL烧杯中，用PE膜封口。

E.6.3 把装有样品的烧杯放到磁力搅拌器上，转速达到880 rpm用计时器计时30 min，然后立即取下，放到25℃±1℃的恒温水浴锅中计时2 h，取出烧杯再次放到磁力搅拌器上在880 rpm条件下搅拌1 min。

E.6.4 试样过滤后，于100 mL容量瓶中定容、密封。

E.6.5 用电感耦合等离子体发射光谱法对过滤溶液进行Fe浓度测定。

E.6.6 空白试验与试样同时进行，加入试剂、纯水均来源相同。

E.7 分析步骤

在选定的最佳工作条件下，待光源稳定后，将空白、标准溶液依次吸入，制定标准曲线，然后再将制备的试样以同样的方法直接测定。由于谱线干扰少，因此采用直接干扰校正法(IEC)进行背景校正。

E.8 结果的表示

以质量百分数表示铁离子溶出率，单位为毫克每千克(mg/kg)。

E.9 试验报告

报告包括但不限于以下内容：

- a) 生产批号、测试时间、测试地点、测试人员及测试使用仪器型号等；
- b) 分析结果及表示方法；
- c) 测试中出现的异常现象；
- d) 测试中未按本附录的操作步骤或是自由选择的试验条件。

附 录 F
(规范性)
纳米磷酸铁锂模拟电池测试

F.1 范围

本方法规定了纳米磷酸铁锂模拟电池的首次放电比容量、库仑效率的测试方法。

F.2 试剂及材料

- F.2.1 六氟磷酸锂(LiPF₆): 电池级。
- F.2.2 碳酸乙烯酯(EC): 电池级。
- F.2.3 碳酸二乙酯(DEC): 电池级。
- F.2.4 N-甲基吡咯烷酮(NMP): 电池级。
- F.2.5 聚偏二氟乙烯(PVDF)。
- F.2.6 导电剂: Super-P。
- F.2.7 铝箔: 厚度为10 μm~25 μm。
- F.2.8 金属锂片: 厚度为0.10 mm~0.25 mm。
- F.2.9 聚丙烯微孔隔膜: 锂电池专用。

F.3 正极片的制备

在正极材料中纳米磷酸铁锂的质量分数为92%~95%，Super-P作为导电剂，其质量分数1%~3%，PVDF为粘合剂，其质量分数为3%~5%，质量精确到0.001 g。正极片采用铝箔做集流体。将纳米磷酸铁锂、Super-P、PVDF和NMP搅拌调浆，将浆料均匀涂覆在铝箔上，125℃烘箱干燥，切成直径15mm、厚度为0.06 mm~0.07 mm的电极片，电极片称重，质量精确到0.000 1 g。极片的压实密度范围为1.8 g/cm³~2.4 g/cm³。严格控制混料和涂覆的工艺流程，被测极片面积、厚度要保持一致，避免这些因素影响测试结果。

F.4 电池的组装

在水和氧气含量都小于或等于5×10⁻⁶的惰性气体手套箱中，以金属锂片作为负极材料，用聚丙烯微孔薄膜作为隔膜，以1 mol/L的LiPF₆/(EC + DEC)质量比(1:1)为电解液，将它们装配成模拟电池，电池密封后，用锂离子电池电化学性能测试仪测试。

F.5 方法提要

F.5.1 首次放电比容量

模拟电池在25℃±2℃的条件下，按照电池充放电测试仪器操作规程测试出的模拟电池首次放电比容量。

F.5.2 库仑效率

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/17711001510006106>