



团 体 标 准

T/GAAMTB XXXX—2023

锂离子电池全生命周期关键材料— 正极极片材料元素含量测试方法

Materials of lithium-ion battery full life cycle - Test method for element content of
positive electrode materials

(征求意见稿)

2023 - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国汽车工业协会 发布

目 次

目 次.....	II
前 言.....	III
锂离子电池全生命周期关键材料—正极极片材料元素含量测试方法.....	1
1. 范围.....	1
2. 规范性引用文件.....	1
3. 术语和定义.....	1
4. 方法提要.....	1
5. 试剂.....	2
6. 仪器设备.....	3
7. 试样.....	3
8. 试验步骤.....	4
9. 试验数据处理.....	4
10. 试验报告.....	5

前 言

本标准根据GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本文件某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国汽车动力电池产业创新联盟提出。

本文件由中国汽车工业协会归口。

本标准主要起草单位：国联汽车动力电池研究院有限责任公司、宁波吉利罗佑发动机零部件有限公司、蜂巢能源科技股份有限公司、中国科学院物理研究所、深圳市新能源技术研究院有限公司、有研（广东）新材料技术研究院、上海机动车检测认证技术研究中心有限公司、北京新能源汽车股份有限公司、天津市捷威动力工业有限公司、星恒电源股份有限公司。

本标准主要起草人：

锂离子电池全生命周期关键材料—正极极片材料元素含量测试方法

1. 范围

本标准规定了锂离子电池全生命周期过程中正极极片的元素含量的测试方法

本标准适用于锂离子电池正极材料中锂、镍、钴、锰、硼、铬、铅、铁、钒、钛、镁、钨、铝、铜、锌量的测定，测定范围见表1。

表1 各元素测试范围

元素	测定范围 w/%	元素	测定范围 w/%
锂	1.00-12.00	钒	0.0001-2.00
镍	2.00-60.00	钛	0.0001-2.00
钴	2.00-30.00	镁	0.0001-2.00
锰	2.00-60.00	钨	0.0001-2.00
硼	0.0001-2.00	铝	0.0001-2.00
铬	0.0001-2.00	铜	0.0001-2.00
铅	0.0001-2.00	锌	0.0001-2.00
铁	0.0001-2.00		

2. 规范性引用文件

本文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 601—2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水国家标准

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4. 方法提要

试样经浸泡清洗烘干后并用陶瓷刀刮料，然后以王水和氢氟酸溶解，采用电感耦合等离子体原子发

射光谱仪，于各元素选定的波长处测定其发射强度，按标准工作曲线计算各元素的质量分数。

5. 试剂

- 5.1. 盐酸 ($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)。
- 5.2. 硝酸 ($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)。
- 5.3. 氢氟酸 ($\geq 40\%$)。
- 5.4. 盐酸 (1+1)。
- 5.5. 硝酸 (1+1)。
- 5.6. 碳酸二甲酯 (99%)
- 5.7. 混合酸 (盐酸: 硝酸=3:1)
- 5.8. 锂、镍、钴、锰标准储存溶液($1000\mu\text{g/mL}$)，由高纯金属或化合物配制，或采用有证书的单元素标准贮存溶液。
- 5.9. 铁、硼、铬、锆、钒、钛、铜、钨、镁、锌、铝标准储存溶液($1000\mu\text{g/mL}$)，由高纯金属或化合物配制，或采用有证书的单元素标准贮存溶液。
- 5.10. 锂单元素基体溶液 (基体干扰试验和基体匹配用): 由高纯金属或化合物配制，或采用有证书的单元素标准贮存溶液，锂的浓度为 10mg/mL 。
- 5.11. 锰单元素基体溶液 (基体干扰试验和基体匹配用): 由高纯金属或化合物配制，或采用有证书的单元素标准贮存溶液，锰的浓度为 10mg/mL 。
- 5.12. 钴单元素基体溶液 (基体干扰试验和基体匹配用): 由高纯金属或化合物配制，或采用有证书的单元素标准贮存溶液，钴的浓度为 10mg/mL 。
- 5.13. 镍单元素基体溶液 (基体干扰试验和基体匹配用): 由高纯金属或化合物配制，或采用有证书的单元素标准贮存溶液，镍的浓度为 10mg/mL 。
- 5.14. 混合标准溶液 A: 分别移取 10.00mL 铁标准贮存溶液 ($1000\mu\text{g/mL}$)、 10.00mL 硼标准贮存溶液 ($1000\mu\text{g/mL}$)、镁标准贮存溶液($1000\mu\text{g/mL}$)、铝标准贮存溶液($1000\mu\text{g/mL}$)、铬标准贮存溶液($1000\mu\text{g/mL}$)、铜标准贮存溶液($1000\mu\text{g/mL}$)、锆标准贮存溶液($1000\mu\text{g/mL}$)、钒标准贮存溶液($1000\mu\text{g/mL}$)、锌标准贮存溶液($1000\mu\text{g/mL}$)、钛标准贮存溶液($1000\mu\text{g/mL}$)、钨标准贮存溶液($1000\mu\text{g/mL}$)置于 100mL 容量瓶中，加入 10mL 混合酸 (5.7)，用水稀释至刻度，混匀，并立即移入干燥塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 $100\mu\text{g}$ 铁、硼、镁、铝、锆、铬、铜、钒、锌、钛、钨。
- 5.15. 混合标准溶液 B: 移取 10.00mL 混合标准溶液 A，置于 100 mL 容量瓶中，加入 10mL 混合酸 (5.7)，用水稀释至刻度，混匀，并立即移入干燥塑料瓶中。此溶液 1mL 含 $10\mu\text{g}$ 铁、硼、镁、锆、铝、铬、铜、钒、锌、钛、钨。

- 5.16. 混合标准溶液 C: 移取 10.00mL 混合标准溶液 B, 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 10mL 混合酸 (5.7), 用水稀释至刻度, 混匀, 并立即移入干燥塑料瓶中。此溶液 1mL 含 1 μ g 铁、硼、镁、铝、锆、铬、铜、钒、锌、钛、钨。
- 5.17. 标准溶液 D: 分别移取 10mL 锂标准贮存溶液 (1000 μ g/mL)、10.00mL 钴标准贮存溶液 (1000 μ g/mL)、10.00mL 锰标准贮存溶液(1000 μ g/mL), 置于 100mL 容量瓶中, 加入 10mL 盐酸 (5.4), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锂、100 μ g 锰、100 μ g 钴。
- 5.18. 标准溶液 E: 分别移取 25mL 镍标准贮存溶液 (1000 μ g/mL)、10.00mL 钴标准贮存溶液 (1000 μ g/mL)、10.00mL 锰标准贮存溶液(1000 μ g/mL), 置于 100mL 容量瓶中, 加入 10mL 盐酸 (5.4), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 250 μ g 镍。

6. 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

——各元素的推荐分析谱线见表2。

表 2 各元素的推荐分析谱线

元素	波长/nm
锂	670.783
镍	231.604
钴	228.616
锰	260.568
铁	259.939
硼	182.577
铜	324.754
铬	267.716
锆	343.823
钒	292.401
镁	280.270
锌	206.200
铝	396.152
钨	220.449
钛	334.941

7. 试样

7.1 试样应使用碳酸二甲酯 (5.6) 清洗, 建议采用浸泡清洗时间 2h 或者浸泡清洗 2 次, 每次 30min。

7.2 试样分析前用陶瓷刀片进行刮料，刮料时不应刮到箔材。

8. 试验步骤

8.1 试料

称取 0.20 g 试样，精确至 0.000 1 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加少量水润湿。加入 10 mL 混合酸（5.7）和 2 mL 氢氟酸（5.3），于电热板上低温加热至溶解完全，取下，冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，过滤，混匀。

8.4.2 移取 2.50 mL 试液（8.4.1）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量试液（8.4.1，8.4.2）及随同试料空白溶液（8.3）中锂、镍、钴、锰、硼、镁、铝、铬、铜、锆、钒、锌、钛、钨、铁的发射强度，从工作曲线上查得锂、镍、钴、锰、硼、镁、铝、铬、铜、锆、钒、锌、钛、钨、铁的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 铁、硼、镁、铝、铬、锆、铜、钒、锌、钛、钨、镍标准溶液：分别移取 0 mL、4.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液 C(5.15)和 5.00 mL、10.00 mL、25.00 mL 混合标准溶液 B(5.14)置于一组已加入 1.5 mL 锂基体溶液（5.9）、6 mL 镍基体溶液（5.12）、2 mL 钴基体溶液（5.11）和 4 mL 锰基体溶液（5.10）的 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 混合酸（5.7），用水稀释至刻度，混匀，立即移入干燥的塑料瓶中。

8.5.2 锂、镍、钴、锰标准溶液：分别移取 0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、30.00 mL 锂、锰、钴混合标准溶液（5.18）和移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.00 mL、20.00 mL 镍标准溶液（5.19）置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸（5.4），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.3 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的分析谱线处，测量系列标准溶液中被测元素的发射强度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液中被测元素的发射强度，以被测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

9. 试验数据处理

被测元素的含量以被测元素的质量分数 w_x 计，按公式（1）计算：

$$W_x = \frac{(\rho_M - \rho_0) \cdot V \cdot V_2}{m \cdot V_1 \cdot 10^6} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

x ——被测元素（锂、镍、钴、锰、硼、镁、铝、铬、铜、镉、钒、锌、钛、钨、铁）；

ρ_x ——测得锂、镍、钴、锰、硼、镁、铝、铬、铜、镉、钒、锌、钛、钨、铁的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

ρ_0 ——空白溶液的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——被测定试液的体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——分取试液体积，单位为毫升 (mL)；

V_2 ——测定试液的体积，单位为毫升 (mL)；

m ——试料的质量，单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后两位，小于0.10%时，表示到小数点后三位。

10. 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试样；
- 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期