

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX. 1—XXXX

镍锰酸锂化学分析方法
第1部分：镍含量的测定
丁二酮肟重量法

Methods for chemical analysis of lithium nickel manganese oxide—
Part 1: Determination of nickel content—
Dimethylglyoxime gravimetric method

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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。

本文件是YS/T XXXX《镍锰酸锂化学分析方法》的第1部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

- 第1部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；
- 第2部分：锰含量的测定 电位滴定法；
- 第3部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第4部分：硫酸根含量的测定 离子色谱法；
- 第5部分：氯离子含量的测定 离子选择性电极法；
- 第6部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬和镉含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：广东邦普循环科技有限公司、清远佳致新材料研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、北京当升材料科技股份有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、北矿检测技术有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、江西省锂电产品质量监督检验中心、金川集团股份有限公司、广东省工业分析检测中心、国合通用（青岛）测试评价有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、深圳清华大学研究院、天齐锂业股份有限公司、贵州省分析测试研究院、紫金矿业集团股份有限公司、赣州源汇通锂业股份有限公司。

本文件主要起草人：余海军、谢英豪、张学梅、季师青、付海阔、钟岳联、林叶、江敏敏、陈彦彬、王玉娇、凌仕刚、张晨、王蕾、周春仙、周梓楠、温炜炜、许洁瑜、郭飞、谢柏华、陈建军、何霞、向开宇、张顺娘、阎戈、明帮来、苏成、张天姣、范娟惠。

引 言

镍锰酸锂是一种新型的尖晶石型锂离子电池正极材料，具有4.7 V的高电压平台，其理论比容量高达 146.7 mAh/g，具有输出电压高、成本低、环境友好等特点，在电动汽车、无人机、军工等领域具有广阔的应用前景。产品标准GB/T 37202—2018《镍锰酸锂》已于2018年12月28日发布，并于2019年11月1日实施。镍锰酸锂产品的化学成分直接影响到产品质量的好坏，然而由于缺少与产品标准配套的化学成分分析方法标准，在产品标准中规定其化学成分分析方法由供需双方协商，这对于把控产品质量是非常不利的。因此，建立一套针对镍锰酸锂化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T XXXX《镍锰酸锂化学分析方法》由六个部分构成：

- 第1部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；
- 第2部分：锰含量的测定 电位滴定法；
- 第3部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第4部分：硫酸根含量的测定 离子色谱法；
- 第5部分：氯离子含量的测定 离子选择性电极法；
- 第6部分：钾、钠、钙、铁、铜、铬和镉含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件目的在于规定镍锰酸锂中主元素镍含量的测试方法及其精密度。镍作为镍锰酸锂中的主要元素，其含量较高，目前检测准确度较高的方法为丁二酮肟重量法，该方法操作简单。本文件的制定使镍锰酸锂生产企业、研发企业、使用企业及第三方检测机构在测定镍锰酸锂中镍含量时有据可依，对于提高镍锰酸锂产品质量及减少供需之间因检测误差造成的商业纠纷具有重要作用，有力地促进了镍锰酸锂产业化发展。

镍锰酸锂化学分析方法

第1部分：镍含量的测定

丁二酮肟重量法

1 范围

本文件规定了镍锰酸锂中镍含量的测定方法。

本文件适用于镍锰酸锂中镍含量的测定，测定范围（质量分数）：14.00%~18.50%。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 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 原理

试料用盐酸溶解，以酒石酸掩蔽干扰离子，在pH值为6.0~6.5的氨性介质中以丁二酮肟沉淀镍，沉淀经抽滤、洗涤后在145℃~150℃烘箱中烘干至恒重，计算镍含量。

5 试剂和材料

除非另有说明，本文件所用试剂均为分析纯及以上纯度的试剂，所用水符合GB/T 6682规定的三级及以上纯度的水。

5.1 盐酸（1+1）。

5.2 氨水（1+1）。

5.3 酒石酸溶液（150 g/L）：称取 150 g 酒石酸，溶于水并稀释至 1 000 mL，过滤后贮存于 1 000 mL 试剂瓶中。

5.4 乙酸铵溶液（500 g/L）：称取 250 g 乙酸铵，溶于水并稀释至 500 mL，过滤后贮存于 500 mL 试剂瓶中。

5.5 丁二酮肟乙醇溶液（10 g/L）：称取 10 g 丁二酮肟，溶于无水乙醇，用无水乙醇稀释至 1 000 mL，过滤后贮存于 1 000 mL 棕色试剂瓶中。

5.6 G4 玻璃砂芯坩埚（30 mL 或 40 mL）。

6 样品

6.1 样品粒度应不大于 0.150 mm。

6.2 样品分析前应在 105 °C ± 2 °C 中烘干 2 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

7 试验步骤

7.1 试料

称取 0.20 g (m_1) 样品 (6)，精确至 0.000 1 g。

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。坩埚的质量记为 m_2 ，坩埚和沉淀的总质量记为 m_3 。

7.4 测定

7.4.1 将试料 (7.1) 置于 100 mL 烧杯中，用少量水润湿，加入 10 mL 盐酸 (5.1)，低温加热至完全溶解，继续加热至溶液体积为 3 mL~5 mL，冷却至室温，移入 500 mL 烧杯中。

7.4.2 加入 10 mL 酒石酸溶液 (5.3)、10 mL 乙酸铵溶液 (5.4)，加水至约 300 mL。用氨水 (5.2) 和盐酸 (5.1) 调节 pH 值为 6.0~6.5 (用 pH 计检测)，加热至 60 °C~70 °C，边搅拌边缓慢加入 30 mL 丁二酮肟乙醇溶液 (5.5)，保温 30 min。

7.4.3 趁热用已恒重 (m_4) 的 G4 玻璃砂芯坩埚 (5.6) 抽滤，用水洗涤沉淀不少于 5 次，将带沉淀的 G4 玻璃砂芯坩埚于 145 °C~150 °C 烘箱中烘干 2 h。取出置于干燥器中，冷却至室温，称量，反复烘干至恒重 (m_5)。

注：两次质量差值不大于 0.000 3 g 即可视为恒重。

8 试验数据处理

镍含量以镍的质量分数 w_{Ni} 计，按公式 (1) 计算：

$$w_{Ni} = \frac{[(m_5 - m_4) - (m_3 - m_2)] \times 0.2032}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_5 —— G4 玻璃砂芯坩埚和沉淀的总质量，单位为克 (g)；

m_4 —— G4 玻璃砂芯坩埚的质量，单位为克 (g)；

m_3 —— 空白试验用 G4 玻璃砂芯坩埚和沉淀的总质量，单位为克 (g)；

m_2 —— 空白试验用 G4 玻璃砂芯坩埚的质量，单位为克 (g)；

0.2032 —— 丁二酮肟镍与镍的换算因数；

m_1 —— 称取试料的质量，单位为克 (g)。

计算结果精确至小数点后两位，按GB/T 8170的规定进行修约。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表1给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过5%，重复性限（ r ）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表1 重复性限

$w_{Ni}/\%$	14.66	15.76	18.02
$r/\%$	0.17	0.18	0.19

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表2给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过5%，再现性限（ R ）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表2 再现性限

$w_{Ni}/\%$	14.66	15.76	18.02
$R/\%$	0.22	0.23	0.24

10 试验报告

试验报告至少应包含以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2020 年~2021 年, 由 18 家实验室对 3 个不同水平的样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的样品在重复性条件下独立测定 11 次。测定的原始数据见表 A. 1。

表 A. 1 精密度试验原始数据

实验室	水平数	测定次数 n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	14.74	14.70	14.71	14.71	14.72	14.67	14.84	14.73	14.59	14.75	14.68
	2	15.83	15.87	15.84	15.71	15.61	15.83	15.88	15.78	15.73	15.82	15.72
	3	18.14	18.09	18.07	18.06	18.01	18.05	18.15	18.01	18.09	18.02	18.03
2	1	14.74	14.62	14.71	14.63	14.65	14.69	14.57	14.61	14.76	14.81	14.75
	2	15.71	15.83	15.79	15.74	15.67	15.76	15.69	15.81	15.78	15.82	15.66
	3	18.08	18.14	18.02	18.09	17.97	18.02	18.06	18.17	18.19	17.98	18.15
3	1	14.65	14.70	14.69	14.64	14.69	14.72	14.70	14.73	14.74	14.76	14.69
	2	15.71	15.71	15.67	15.80	15.74	15.78	15.87	15.83	15.78	15.81	15.79
	3	17.99	17.94	17.97	18.01	18.07	17.94	18.06	18.01	18.08	18.07	18.05
4	1	14.68	14.70	14.69	14.66	14.70	14.70	14.79	14.78	14.68	14.78	14.69
	2	15.76	15.76	15.73	15.77	15.69	15.78	15.87	15.76	15.77	15.82	15.72
	3	18.07	17.99	18.00	18.03	18.05	17.98	18.07	17.99	18.08	18.04	18.01
5	1	14.53	14.60	14.57	14.57	14.55	14.64	14.59	14.57	14.70	14.52	14.73
	2	15.90	15.82	15.78	15.98	15.85	15.82	15.89	15.76	15.93	15.80	15.87
	3	18.02	18.10	18.07	18.15	18.00	18.05	17.96	18.18	18.13	17.99	18.01
6	1	14.62	14.59	14.67	14.71	14.71	14.63	14.57	14.67	14.63	14.61	14.67
	2	15.79	15.80	15.75	15.79	15.8	15.78	15.84	15.74	15.76	15.72	15.72
	3	17.95	18.10	17.96	17.99	18.09	17.94	18.00	18.00	17.97	18.04	18.01
7	1	14.51*	14.71*	14.64*	14.49*	14.76*	14.45*	14.55*	14.57*	14.69*	14.83*	14.93*
	2	15.83*	15.74*	15.91*	15.66*	15.78*	15.56*	15.82*	15.79*	15.68*	15.74*	15.51*
	3	17.97*	17.86*	17.91*	18.06*	18.14*	17.95*	17.86*	17.76*	18.08*	17.84*	18.02*
8	1	14.66	14.74	14.69	14.67	14.61	14.73	14.67	14.69	14.65	14.71	14.73
	2	15.82	15.79	15.83	15.85	15.84	15.76	15.83	15.81	15.8	15.79	15.83
	3	17.95	17.94	18.00	18.04	17.99	17.98	17.97	18.04	17.98	18.03	18.02
9	1	14.65	14.66	14.55	14.62	14.68	14.54	14.57	14.63	14.67	14.68	14.71
	2	15.74	15.64	15.66	15.63	15.73	15.75	15.65	15.78	15.62	15.81	15.76
	3	17.99	18.03	18.02	18.00	18.03	18.02	17.93	18.03	17.92	17.96	18.06

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	测定次数 n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
10	1	14.38*	14.51*	14.61*	14.42*	14.62*	14.52*	14.46*	14.46*	14.45*	14.64*	14.42*
	2	15.69*	15.70*	15.81*	15.97*	15.92*	15.64*	15.84*	15.84*	16.00*	16.06*	15.94*
	3	17.84*	17.96*	18.03*	18.07*	18.15*	18.12*	18.29*	17.97*	18.04*	17.91*	18.23*
11	1	14.50*	14.47*	14.48*	14.47*	14.48*	14.47*	14.46*	14.47*	14.48*	14.50*	14.44*
	2	15.75	15.71	15.71	15.69	15.79	15.71	15.78	15.75	15.72	15.73	15.73
	3	17.92	17.95	17.92	17.88	17.95	17.93	17.96	17.94	18.00	17.96	17.94
12	1	14.72	14.60	14.69	14.56	14.63	14.63	14.58	14.60	14.73	14.70	14.69
	2	15.82	15.82	15.97	15.76	15.75	15.68	15.76	15.81	15.79	15.70	15.70
	3	17.97	17.97	18.00	17.96	18.03	18.13	18.09	18.06	18.08	17.99	18.02
13	1	14.63	14.67	14.62	14.71	14.71	14.70	14.71	14.70	14.66	14.68	14.70
	2	15.74	15.88	15.91	15.76	15.79	15.86	15.73	15.80	15.79	15.76	15.91
	3	17.93	18.14	18.05	18.09	18.10	18.10	17.98	18.12	18.10	18.09	17.94
14	1	14.44	14.56	14.47	14.71	14.58	14.44	14.68	14.64	14.52	14.59	14.48
	2	15.64	15.70	15.63	15.84	15.59	15.70	15.66	15.62	15.77	15.82	15.60
	3	18.06	18.03	18.12	18.01	18.10	18.16	18.07	18.06	18.19	18.05	18.16
15	1	14.58	14.77	14.82	14.68	14.62	14.80	14.73	14.84	14.76	14.81	14.69
	2	15.68	15.74	15.70	15.81	15.74	15.82	15.86	15.74	15.80	15.82	15.71
	3	18.00	17.89	17.92	18.10	18.13	17.95	17.99	17.96	18.06	18.05	17.99
16	1	14.43	14.52	14.49	14.55	14.45	14.45	14.56	14.46	14.53	14.50	14.47
	2	15.69	15.67	15.76	15.62	15.84	15.78	15.66	15.80	15.71	15.77	15.63
	3	17.88	17.90	17.94	17.93	18.08	18.01	17.99	18.05	17.91	18.01	17.98
17	1	14.71	14.63	14.55	14.59	14.75	14.63	14.62	14.51	14.72	14.81	14.66
	2	15.76	15.68	15.64	15.78	15.73	15.69	15.71	15.69	15.73	15.81	15.83
	3	18.06	17.99	18.01	17.92	18.01	17.95	17.98	18.02	18.12	18.09	18.11
18	1	14.65	14.60	14.53	14.58	14.65	14.60	14.71	14.75	14.59	14.66	14.72
	2	15.73	15.76	15.74	15.68	15.67	15.69	15.77	15.69	15.73	15.81	15.75
	3	17.96	17.97	18.03	17.98	18.02	18.01	18.07	18.12	18.03	17.99	18.02

注：标“*”为异常值。