

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX. 3—XXXX

镍锰酸锂化学分析方法
第3部分：锂含量的测定
火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of lithium nickel manganese oxide—
Part 3: Determination of lithium content—
Flame atomic absorption spectrometry

(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3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、广东佳纳能源科技有限公司、江西省锂电产品质量监督检验中心、湖南长远锂科股份有限公司、北矿检测技术有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、清远佳致新材料研究院有限公司、深圳中金岭南有色金属股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、金川集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、天齐锂业股份有限公司、深圳清华大学研究院、贵州省分析测试研究院、紫金矿业集团股份有限公司、南通金通储能动力新材料有限公司、赣州源汇通锂业股份有限公司。

本文件主要起草人：李长东、余海军、季师青、张学梅、骆月英、冯焕村、黄磊、邓蓓、周春仙、刘玮、皮晓梅、苗晓焕、凌仕刚、付海阔、谭秀丽、王芳、符建国、谢柏华、孙栋明、谢喜、邓红云、陈建军、黄英、刘永玉、陈小兵、阎戈、明帮来、黄晓玲、高娟亚。

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锂含量的测试方法及其精密度。锂是镍锰酸锂中的主要元素，作为碱金属元素其化学性质活泼，火焰原子吸收光谱法由于具有无干扰、操作简单等优点，是测定锂元素的理想方法。本文件的制定为镍锰酸锂生产企业、研发企业、使用企业及第三方检测机构在测定镍锰酸锂中锂含量时有据可依，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3部分：锂含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了镍锰酸锂中锂含量的测定方法。

本文件适用于镍锰酸锂中锂含量的测定，测定范围（质量分数）：3.00%~5.00%。

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

试料用硝酸和过氧化氢溶解，以空气-乙炔贫燃性火焰，采用工作曲线法于原子吸收分光光度计波长670.8 nm处测定锂的吸光度，计算锂的含量。

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 过氧化氢（30%，质量分数）。

5.2 硝酸（1+1）。

5.3 锂标准贮存溶液：称取 5.322 8 g 碳酸锂 [$w(\text{Li}_2\text{CO}_3) \geq 99.99\%$] 于 250 mL 烧杯中，盖上表面皿，缓慢加入 25 mL 硝酸（5.2），加热至完全溶解，煮沸数分钟驱赶二氧化碳，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锂。

5.4 锂标准溶液：移取 10.00 mL 锂标准贮存溶液（5.3）置于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸（5.2），以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锂。

6 仪器设备

原子吸收分光光度计，带锂空心阴极灯。在仪器最佳条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

- 特征浓度：在与测定溶液基体相一致的溶液中，锂的特征浓度应不大于 $0.10 \mu\text{g/mL}$ ；
- 精密性：用最高浓度的标准溶液测定 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%，用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测定 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度平均吸光度的 0.5%；
- 工作线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.8。

7 样品

7.1 样品粒度应不大于 0.150 mm。

7.2 样品分析前应在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 下烘干 2 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.20 g (m) 样品 (7)，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 100 mL 烧杯中，用少量水润湿，加入 10 mL 硝酸 (5.2) 和 1 mL 过氧化氢 (5.1)，盖上表面皿，低温加热至试样溶解完全，冷却至室温，移入 250 mL (V_1) 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 移取 10.00 mL (V_2) 试液 (8.4.1)，置于 100 mL (V_3) 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸 (5.2)，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 于原子吸收分光光度计上，在波长 670.8 nm 处，使用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调零，测定空白试液 (8.3) 和试液 (8.4.2) 的吸光度，自工作曲线上查得空白试液 (8.3) 中锂的质量浓度 (ρ_0) 和试液 (8.4.2) 中锂的质量浓度 (ρ)。

8.5 工作曲线的绘制

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锂标准溶液 (5.4)，分别置于一组 100 mL 的容量瓶中，各加入 10 mL 硝酸 (5.2)，以水稀释至刻度，混匀。于原子吸收分光光度计上，在波长 670.8 nm 处，使用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调零，测定系列标准溶液的吸光度。以锂质量浓度为横坐标，对应的吸光度（减去“零”溶液的吸光度）为纵坐标，绘制锂的工作曲线。

9 试验数据处理

锂含量以锂的质量分数 w_{Li} 计，按公式 (1) 计算。

$$w_{Li} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V_1 \cdot V_3 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- ρ ——从工作曲线上查得试液中锂的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；
- ρ_0 ——从工作曲线上查得空白试液中锂的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；
- V_1 ——试液定容的体积，单位为毫升 (mL)；
- V_3 ——测定试液的体积，单位为毫升 (mL)；
- m ——试料的质量，单位为克 (g)；
- V_2 ——分取试液的体积，单位为毫升 (mL)。

计算结果表示到小数点后两位，按GB/T 8170的规定进行修约。

10 精密度

10.1 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

$w_{Li}/\%$	3.30	3.93	4.42
$r/\%$	0.08	0.09	0.10

10.2 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

$w_{Li}/\%$	3.30	3.93	4.42
$R/\%$	0.17	0.18	0.19

11 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。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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 19 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	3.40	3.32	3.32	3.37	3.31	3.34	3.35	3.34	3.36	3.38	3.37
	2	3.93	3.95	3.94	3.94	3.98	3.96	3.93	3.97	3.91	3.95	3.98
	3	4.38	4.38	4.45	4.44	4.39	4.44	4.39	4.46	4.42	4.40	4.38
2	1	3.27	3.29	3.27	3.28	3.29	3.31	3.29	3.30	3.29	3.29	3.28
	2	3.94	3.99	4.03	4.02	3.97	4.03	4.04	3.98	4.01	4.02	4.00
	3	4.48	4.50	4.49	4.56	4.58	4.59	4.50	4.50	4.49	4.56	4.49
3	1	3.37	3.36	3.39	3.38	3.34	3.35	3.41	3.37	3.34	3.35	3.38
	2	3.98	3.94	3.96	3.91	3.96	3.93	3.98	3.94	3.97	3.93	3.99
	3	4.44	4.41	4.45	4.46	4.38	4.41	4.42	4.49	4.38	4.43	4.46
4	1	3.48*	3.48*	3.49*	3.50*	3.48*	3.48*	3.47*	3.49*	3.48*	3.50*	3.50*
	2	4.10*	4.10*	4.10*	4.10*	4.10*	4.11*	4.11*	4.10*	4.10*	4.10*	4.10*
	3	4.47	4.47	4.47	4.48	4.47	4.46	4.47	4.47	4.47	4.46	4.46
5	1	2.98*	3.07*	3.13*	3.07*	3.09*	3.09*	3.04*	3.11*	3.09*	3.13*	3.12*
	2	3.52*	3.64*	3.64*	3.67*	3.72*	3.70*	3.72*	3.66*	3.70*	3.75*	3.72*
	3	4.06*	4.14*	4.17*	4.09*	4.08*	4.18*	4.09*	4.17*	4.12*	4.11*	4.16*
6	1	3.33	3.32	3.28	3.31	3.29	3.31	3.31	3.31	3.31	3.32	3.32
	2	3.93	3.95	3.93	3.92	3.95	3.93	3.94	3.95	3.90	3.94	3.95
	3	4.41	4.42	4.42	4.41	4.41	4.43	4.41	4.42	4.44	4.41	4.43
7	1	3.31	3.30	3.28	3.29	3.30	3.28	3.28	3.29	3.29	3.28	3.30
	2	3.94	3.91	3.90	3.88	3.90	3.90	3.90	3.90	3.93	3.89	3.89
	3	4.48	4.41	4.41	4.40	4.48	4.49	4.45	4.46	4.43	4.40	4.44
8	1	3.38	3.34	3.28	3.34	3.32	3.33	3.34	3.35	3.33	3.36	3.37
	2	3.92	3.94	3.92	3.95	3.96	3.95	3.95	3.93	3.87	3.94	3.93
	3	4.39	4.40	4.43	4.41	4.41	4.44	4.40	4.42	4.44	4.38	4.41

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
9	1	3.35	3.36	3.25	3.29	3.32	3.31	3.33	3.34	3.31	3.32	3.30
	2	3.90	3.94	3.91	3.95	3.92	3.93	3.95	3.90	3.82	3.91	3.88
	3	4.40	4.42	4.39	4.37	4.43	4.42	4.41	4.38	4.45	4.36	4.43
10	1	3.20	3.25	3.28	3.23	3.25	3.22	3.25	3.23	3.21	3.25	3.26
	2	4.01	3.93	4.02	3.97	3.94	3.95	3.99	3.98	3.98	4.01	3.95
	3	4.46	4.47	4.48	4.49	4.43	4.49	4.45	4.47	4.49	4.44	4.49
11	1	3.22	3.27	3.20	3.20	3.25	3.20	3.22	3.25	3.23	3.22	3.20
	2	3.87	3.86	3.87	3.86	3.86	3.82	3.85	3.83	3.82	3.84	3.80
	3	4.31	4.30	4.30	4.36	4.34	4.37	4.36	4.29	4.32	4.34	4.31
12	1	3.31	3.38	3.29	3.34	3.30	3.27	3.39	3.35	3.33	3.26	3.29
	2	3.88	3.93	3.95	3.92	3.89	3.93	3.96	3.84	3.91	3.89	3.92
	3	4.35	4.37	4.39	4.41	4.35	4.37	4.39	4.44	4.38	4.36	4.43
13	1	3.34	3.36	3.32	3.35	3.34	3.34	3.32	3.31	3.32	3.33	3.34
	2	3.93	3.98	4.00	3.99	3.96	3.95	3.97	3.93	3.95	3.94	3.94
	3	4.41	4.39	4.41	4.42	4.40	4.42	4.38	4.40	4.39	4.41	4.38
14	1	3.20	3.17	3.17	3.18	3.24	3.19	3.25	3.20	3.15	3.22	3.22
	2	3.85	3.84	3.85	3.85	3.86	3.83	3.89	3.90	3.91	3.87	3.84
	3	4.38	4.42	4.43	4.43	4.39	4.43	4.37	4.39	4.41	4.40	4.39
15	1	3.25	3.25	3.25	3.27	3.22	3.22	3.24	3.25	3.26	3.27	3.28
	2	3.95	3.98	3.94	3.92	3.93	3.94	3.94	3.98	3.97	3.96	3.98
	3	4.43	4.46	4.41	4.45	4.42	4.43	4.43	4.41	4.45	4.47	4.48
16	1	3.37	3.36	3.35	3.37	3.36	3.37	3.36	3.38	3.37	3.36	3.35
	2	3.96	3.97	3.95	3.97	3.98	3.96	3.97	3.96	3.95	3.98	3.96
	3	4.43	4.44	4.42	4.43	4.42	4.43	4.44	4.45	4.43	4.44	4.43
17	1	3.23	3.17	3.25	3.21	3.24	3.27	3.22	3.15	3.27	3.24	3.14
	2	3.78	3.81	3.87	3.90	3.86	3.88	3.78	3.78	3.88	3.79	3.83
	3	4.31	4.36	4.31	4.34	4.36	4.38	4.27	4.17	4.22	4.27	4.24
18	1	3.35	3.33	3.31	3.28	3.28	3.30	3.31	3.35	3.36	3.37	3.32
	2	3.88	3.93	3.91	3.92	3.94	3.95	3.98	3.96	3.94	3.95	3.94
	3	4.41	4.42	4.41	4.36	4.38	4.37	4.42	4.39	4.38	4.44	4.42

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
19	1	3.32	3.35	3.29	3.31	3.30	3.35	3.37	3.35	3.33	3.34	3.38
	2	3.92	3.91	3.93	3.88	3.95	3.89	3.92	3.97	3.94	3.96	3.93
	3	4.42	4.43	4.44	4.38	4.39	4.41	4.35	4.41	4.39	4.38	4.36
注：标“*”为异常值。												