**国家标准《富锂铁酸锂》**

**编**

**制**

**说**

**明**

**（审定稿）**

**深圳市德方创域新能源科技有限公司**

**2024年5月22日**

国家标准《富锂铁酸锂》

编制说明

一、工作简况

1.1任务来源与计划要求

1.1.1任务下达

根据国家标准化管理委员会关于下达2023年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知（国标委发【2023】10号），国家标准《富锂铁酸锂》由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口，项目计划编号：20230125-T-610，由深圳市德方创域新能源科技有限公司牵头起草，该标准计划完成年限2024年。

1.1.2项目编制组单位

标准编制组单位包括：深圳市德方创域新能源科技有限公司、深圳市德方纳米科技股份有限公司、宁德时代新能源科技股份有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、曲靖德方创界新能源科技有限公司、广东邦普循环科技有限公司、厦门厦钨新能源材料股份有限公司、江西赣锋锂业集团股份有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、湖南长远锂科新能源有限公司、国科能源技术创新中心（合肥）有限公司、巴斯夫杉杉电池材料有限公司、福安青美能源材料有限公司、深圳清研锂业科技有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司等单位。

1.2 主要参加单位和工作成员及其所做工作

1.2.1 起草单位简介

深圳市德方创域新能源科技有限公司成立于2021年9月，位于广东省深圳市，是一家致力于新能源电池材料研发、生产和销售的科技型企业，总注册资本7,540.2445万元人民币。目前，公司的核心产品为补锂添加材料，可广泛应用于新能源汽车、储能系统等领域中。拥有新能源先进电极材料多项核心技术，共申请发明专利279项，其中PCT国际专利32项，已获发明专利授权14项。

德方创域的主要产品为高性能正极补锂添加剂，该种补锂添加剂可适用于各种体系的锂离子电池正极，显著提升电池的能量密度，同时大幅改善循环性能，可兼容现有电芯产线，安全性以及成本方面对比其他补锂方式均具有明显优势。 未来，德方创域将保持快速持续创新，致力服务全球低碳事业，推动新能源科技进步，构建改变世界的创新生态域。自成立以来，公司以诚信的经营与良好的服务逐渐获得消费者的信赖与支持，已经在新能源电池材料行业方面取得较高的成果，具有较高的知名度和影响力。

1.2.2主要参编单位情况

深圳市德方创域新能源科技有限公司，作为标准牵头编制单位，负责组织开展标准的研制工作，包括前期调研、文献查询、框架内容调整、技术分析、样品收集和试验验证等工作，同时积极组织标准的任务落实、讨论、预审、审查等会议，根据专家提出的意见，能够带领编制组成员单位认真细致修改标准文本，对标准的研制过程具有决定性贡献。

深圳市德方纳米科技股份有限公司、宁德时代新能源科技股份有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、曲靖德方创界新能源科技有限公司、广东邦普循环科技有限公司、厦门厦钨新能源材料股份有限公司、江西赣锋锂业集团股份有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、湖南长远锂科新能源有限公司、国科能源技术创新中心（合肥）有限公司、巴斯夫杉杉电池材料有限公司、福安青美能源材料有限公司、深圳清研锂业科技有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司等单位均为富锂铁酸锂产品的生产、使用及研究企业，在标准编制过程中，积极参与标准的调研工作，为标准编制提供了大量的实测数据。同时，针对标准的讨论稿和征求意见稿提出修改意见，确保产品的指标能满足生产、使用要求，确保产品的检测方法能实际应用于企业。

1.2.3主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及其工作职责见表1。

**表1 主要起草人及工作职责**

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
|  | 负责标准的工作指导及组织协调，标准关键指标的把控 |
|  | 负责标准的调研、标准文本、标准编制说明的撰写，意见汇总处理，参加标准讨论和审定会议 |
|  | 负责产品指标及试验方法的把控，对讨论稿和征求意见稿提出修改意见 |

1.3主要工作过程

1.3.1立项阶段

2022年3月，深圳市德方创域新能源科技有限公司向全国有色金属标准化技术委员会粉末冶金分会（SAC/TC243/SC4）提交国家标准《富锂铁酸锂》项目建议书。

2022年5月粉末冶金分会在腾讯会议召开“有色金属标准项目论证会暨标准工作会议”，该项国家标准新提案通过了专家论证。

2023年3月21日，国家标准化管理委员会关于下达2023年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知（国标委发【2023】10号），国家标准《富锂铁酸锂》正式立项。

1.3.2起草阶段

2023年3月至2023年7月，深圳市德方创域新能源科技有限公司、深圳市德方纳米科技股份有限公司、宁德时代新能源科技股份有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、曲靖德方创界新能源科技有限公司等单位，接到《富锂铁酸锂》起草编制工作任务后，成立了标准编制工作组，展开了标准讨论稿和编制说明的工作分配及实施工作计划等事项。本文件在起草过程中，标准编制工作组成员查阅了大量的国内外相关文献资料，收集、整理、对比分析了相关企业的技术资料，结合目前国内外富锂铁酸锂的生产和用户需求情况，形成了标准草案。本标准草案完成后，在标准编制工作组进行了多次交流，对本标准进行了认真的修改和完善，最后形成了该标准的讨论稿和编制说明。

2023年4月24日，全国有色金属标准化技术委员会在武汉召开“有色金属标准项目论证会暨标准制修订工作会议”，会上对《富锂铁酸锂》进行了任务落实。

2023年5月，为了确保制定的标准符合市场要求，对深圳市德方纳米科技股份有限公司、宁德时代新能源科技股份有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、江西赣锋锂业集团股份有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、厦门厦钨新能源材料股份有限公司、广东邦普循环科技有限公司、国科能源技术创新中心（合肥）有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、湖南长远锂科新能源有限公司、巴斯夫杉杉电池材料有限公司等单位以函件的形式进行了调研。

2023年5月至7月，标准编制工作组对产品的各项指标的调研数据进行汇总，结合产品特性，确定了各项产品指标的要求，形成标准的征求意见稿及编制说明。

1.3.3征求意见阶段

2023年7月18日，全国有色金属标准化技术委员会在湖北省十堰市组织召开了有色标准工作会议，深圳市德方纳米科技股份有限公司、宁德时代新能源科技股份有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、曲靖德方创界新能源科技有限公司、广东邦普循环科技有限公司、厦门厦钨新能源材料股份有限公司、江西赣锋锂业集团股份有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、湖南长远锂科新能源有限公司、国科能源技术创新中心（合肥）有限公司、巴斯夫杉杉电池材料有限公司、福安青美能源材料有限公司、深圳清研锂业科技有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司等单位参加了会议，会议对《富锂铁酸锂》进行了讨论。

同时，全国有色金属标准化技术委员会通过工作群、邮件向委员单位征求意见，并将征求意见资料在全国标准信息公共服务平台上挂网征集意见。征求意见的单位包括主要生产、经销、使用、科研、检验等单位及大专院校，征求意见单位广泛且具有代表性，征求意见时间大于2个月。

2023年11月，标准编制组对收集到的意见进行整理，共收到了30条意见，形成了标准征求意见稿意见汇总处理表。标准编制组对征求意见稿进行修改，形成标准送审稿。

1.3.4审查阶段

…..

1.3.5报批阶段

……

二、 编制原则、主要内容及其确定依据

2.1 编制原则

1、本标准按照GB/T 1.1—2020的要求编写。

2、遵循科学性、先进性、统一性，以与实际相结合为原则，提高标准的可操作性。满足国内锂离子电池正极补锂添加剂材料的研究、生产和使用的需要为原则，提高标准的适用性。

3、对产品的化学成分、水分、外观、物理等指标进行了规定，保证了产品的质量。

4、对产品首次充放电比容量和首次放电比容量进行了规定，保证了产品的适用性。

5、规定了产品的试验方法、检验规则，避免了供需双方的冲突，促进了本行业健康发展。

2.2主要内容及其确定依据

2.2.1 范围

本文件规定了富锂铁酸锂的术语和定义、产品分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、随行文件及订货单内容。

本文件适用于锂离子电池用正极补锂添加材料富锂铁酸锂。

2.2.2 产品分类

根据产品的补锂比容量分为LFO-I、LFO-II、LFO-III三类。

2.2.3 主要技术指标及确定依据

2.2.3.1 化学成分

表2为行业内富锂铁酸锂的研究、生产和使用的主要企业对主含量金属元素的调研情况。由表2可知，富锂铁酸锂中主含量金属元素铁、锂的含量高低不同，产品中除主元素铁和锂总含量存在较大差异外，还会引入钠、钙、锌、铜、铬、钾等杂质元素。表3为主要企业对杂质元素的调研情况。产品的化学成分应符合表4的规定。

**表2 富锂铁酸锂主要元素成分调研数据**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 主元素 | | 质量百分数（%） | |
| Fe | Li |
| 调研单位 | A | 35.0~38.0 | 21.0~24.0 |
| B | 30.8~37.6 | 20.2~24.8 |
| C | 34.0~38.0 | 20.0~24.0 |
| D | 33.0~37.0 | 21.0~25.0 |
| E | 35.6~35.8 | 22.0~22.2 |
| F | 34.2~38.2 | 21.0 ~24.0 |
| G | 34.0~37.0 | 22.0~25.0 |

**表3 富锂铁酸锂产品中杂质元素成分调研数据**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 杂质元素 | | 质量百分数（%） | | | | | |
| Na | Ca | Zn | Cu | Cr | K |
| 调研单位 | A | <0.01 | <0.01 | <0.001 | <0.001 | <0.01 | <0.01 |
| B | <0.05 | <0.01 | <0.001 | <0.001 | <0.001 | <0.03 |
| C | ≤0.01 | ≤0.01 | ≤0.01 | ≤0.01 | ≤0.01 | ≤0.01 |
| D | ≤0.03 | ≤0.01 | <0.005 | <0.005 | <0.005 | ≤0.01 |
| E | 0.0105 | 0.001 | 0.000005 | 0.000005 | 0.00002 | 0.0012 |
| 0.0125 | 0.001 | 0.000005 | 0.000005 | 0.00002 | 0.0015 |
| F | ≤0.05 | ≤0.05 | ≤0.000003 | ≤0.000003 | ≤0.03 | ≤0.05 |
| G | ≤0.03 | ≤0.03 | ≤0.005 | ≤0.005 | / | / |

**表4 富锂铁酸锂产品的化学成分**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | | 化学成分（质量分数）  % |
| 主元素 | Li | 21.0~24.0 |
| Fe | 33.0~36.0 |
| 杂质元素 | Na | ≤0.040 |
| Ca | ≤0.040 |
| Zn | ≤0.005 |
| Cu | ≤0.005 |
| Cr | ≤0.005 |
| K | ≤0.040 |
| 注： 掺杂和包覆的元素包括但不限于镁、钛、铝、钴、镍、锰、硅、硼等中的一种或几种，掺杂和包覆的元素含量由供需双方协商确定。 | | |

【条文说明】根据调研结果表2显示，主元素铁中，7家单位中5家企业的产品铁含量相近，但其中两家单位分别存在铁下限含量偏低（企业B）和铁上限元素偏低（企业E）的情况，综合铁含量的调研结果，铁含量的范围应在30.0~38.0，但考虑该范围过于宽泛，导致实际意义不大，故经过与调研单位再次确定数据，且结合表13实测验证数据，规定铁含量的要求为33.0~36.0；主元素锂中，7家单位中6家单位锂含量相近，综合锂含量的调研结果，锂含量的范围应为20.0~25.0，但同样存在范围过宽的问题，故经过与调研单位协商，且结合表13实测验证数据，规定锂含量的要求为：21.0~24.0。根据调研结果表3显示，各家单位均对钠、钙、锌、铜、铬、钾的含量有要求。钠指标最高的达到0.050%，大部分企业指标在0.030%以下，本标准取中间值0.040%。钙指标大部分在0.001%~0.050%，由于钠、钙杂质对电极材料影响一致，因此本标准限定钙也不大于0.040%。铜、锌对电极材料的危害性最大，目前行业内普遍从严控制，规定不大于0.005%，能满足行业需求。铬作为对环境有害的元素，严格控制有利于保护环境，本标准规定不大于0.005%。钾指标最高的达到0.05%，大部分企业指标在0.03%以下，本标准取中间值0.040%。

2.2.3.2 晶体结构

产品的晶体结构应符合JCPDS标准（24-0623）。

2.2.3.3水分含量

产品中的水分含量应不大于0.05%

【条文说明】材料水分超标，会引起浆料团聚，极片涂覆性能差，极片掉粉等问题，多余的水分带入电池中，会和电解液反应产生氢氟酸，腐蚀电池引发安全问题，所以应严格控制产品水分含量。行业内各家企业的水分指标调研数据如表5所示，考虑生产企业生产产品水分含量和使用企业水分要求，结合表5调研数据和表14实测结果情况，选取最大值0.05%作为本文件的控制指标。

**表5 富锂铁酸锂产品水分指标调研数据**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位 | A | B | C | E | F | G |
| 水分含量/% | <0.03 | <0.03 | ≤0.02 | 0.035 | ≤0.035 | ≤0.05 |

2.2.3.4耐湿性

产品在温度25 ℃，相对湿度30%±2%条件下，放置时间20 min内的吸湿速率应不大于5 g/（g·s）。

【条文说明】材料的耐湿性会影响：电极材料存储和加工的环境要求、电池加工过程的稳定性、电池服役的安全性。耐湿性好的材料，其存储和加工环境对湿度的要求比较低，可以降低成本。耐湿性差的材料，其在匀浆涂布过程中，容易吸水导致浆料凝胶，影响电池加工过程的稳定性，且容易导致电池胀气、鼓包甚至爆炸等安全问题。目前行业内对该指标普遍有质量控制要求，考虑使用企业对产品耐湿性的要求及表14实测结果，规定产品在温度25 ℃，相对湿度30%±2%条件下，放置时间20min内的吸湿速率应不大于5 g/（g·s）。

2.2.3.5外观质量

产品的外观质量应颜色均一，无结块，无夹杂物。

【条文说明】富锂铁酸锂产品的主要元素是Fe、Li，随着主含量的配比不同，颜色存在轻微差异。行业内各家企业的外观质量调研数据如表6所示，目前大部分企业富锂铁酸锂产品的颜色为黑色。根据合成工艺的不同，颜色也存在差异，考虑外观颜色不属于影响其性能的重要指标，故在此不做特殊限定，颜色按供需双方协商来确定。只要求产品的外观质量应颜色均一，无结块，无夹杂物。

**表6 富锂铁酸锂产品外观质量指标调研数据**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位 | A | B | C | D | E | F |
| 外观颜色 | 黑色 | 棕黑色 | 浅黄色 | 黑色 | 黑色 | 黑色 |

2.2.3.6 pH值

产品的pH值应在11~13范围内。

【条文说明】pH值反映的是碱量的大小。结合表7行业内富锂铁酸锂的研究、生产和使用的主要企业对pH值的要求，其pH值应在9~13范围内。但考虑表14实测数据及产品本身特性，产品pH不可能处于一个较低的情况，因此本标准规定产品的pH值应在11~13范围内。

**表7 富锂铁酸锂产品pH值指标调研数据**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位 | A | B | C | D | E | | F | G |
| pH值 | ≤12.50 | ≤13.0 | 12.5±0.5 | 11-13 | 11.87 | 12.59 | ≤12.50 | 9-13 |

2.2.3.7振实密度

产品的振实密度应不小于1.0 g/cm3。

【条文说明】振实密度是衡量活性材料的一个重要指标，因为锂离子电池的体积是有限的，如果振实密度太低，单位体积的活性物质质量偏少，使得体积容量偏低。表8为行业内富锂铁酸锂的研究、生产和使用的主要企业对振实密度的要求，根据其下限平均值，本标准设定最小的振实密度应不小于1.0 g/cm3。

**表8 富锂铁酸锂产品振实密度指标调研数据**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位 | A | B | C | E | | F | G |
| 振实密度（g/cm3） | 1.30±0.2 | 0.82±0.25 | ≥1.30 | 1.035 | 1.436 | ≥0.5 | ≥1.85 |

2.2.3.8粉末压实密度

产品的粉末压实密度应不小于1.60 g/cm³。

【条文说明】锂离子电池在制作过程中，压实密度对电池性能有较大的影响。压实密度与比容量、效率、内阻、以及电池循环性能有密切的关系。合适的压实密度可以增大电池的放电容量，减小内阻，减小极化损失，延长电池的循环寿命，提高锂离子电池的利用率。根据表9调研结果显示，大部分企业产品的压实密度均不小于1.6 g/cm³，仅有一家单位C，其压实密度要求不小于1.35 g/cm³，经过与该单位最终确认，及结合调研和表14实测数据，本标准规定产品的粉末压实密度应不小于1.60 g/cm³。

**表9富锂铁酸锂粉末压实密度指标调研数据**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位 | A | B | C | D | E | | F | G |
| 粉末压实密度  （g/cm³） | 1.8±0.2 | 1.82±0.30 | ≥1.35 | / | 1.67 | 2.34 | / | ≥3.1 |

2.2.3.9比表面积

产品的比表面积应不大于3.00 m2/g。

【条文说明】材料比表面积大时，电池的倍率特性较好，但通常更易与电解液发生反应，使得循环和存储变差。材料比表面积与颗粒大小及分布、表面孔隙度、表面包覆物等密切相关。表10为行业内富锂铁酸锂的研究、生产和使用的主要企业对比表面积要求的调研情况。根据调研结果，本文件规定产品的比表面积应不大于3.00 m2/g。

**表10 富锂铁酸锂产品比表面积指标调研数据**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位 | A | B | C | D | E | | G |
| 比表面积（m2/g） | ＜3 | 2.4±1.0 | ≤1.0 | 1.0±0.5 | 0.583 | 1.105 | ≤0.8 |

2.2.3.10 粒度分布

产品的粒度分布要求呈正态分布, D10≥1.0 m；D50：4.0 m ~18.0m；D90≤37.5 m。

【条文说明】从大量的制浆经验以及行业交流反馈来看，粒度分布几乎决定了材料的加工性能。结合表11行业内富锂铁酸锂的研究、生产和使用的主要企业对粒度分布要求，大部分企业产品的D10≥1.0 m；D50：4.0 m ~18.0 m；D90≤35.0m。但考虑表14产品的实测情况，有一家样品的D90为37.13m，故结合调研和实测数据情况，本标准规定产品的粒度分布要求呈正态分布, D10≥1.0 m；D50：4 m ~18m；D90≤37.5 m。

**表11富锂铁酸锂粒度分布指标调研数据**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位 | A | B | C | D | E | | F | G |
| D10（μm） | 4-6 | / | ≤3 | ≥1.0 | 1.2 | 4.5 | / | / |
| D50（μm） | <15 | 15.5±2.5 | ≤15 | 10±5 | 4.3 | 9.6 | ≤15 | 5-18 |
| D90（μm） | <22 | / | ≤25 | ≤35 | 10.3 | 16.3 | / | / |

2.2.3.11 残余碱和残余锂含量

产品的残余碱和残余锂含量由供需双方协商确定。

【条文说明】目前针对残余碱和残余锂该项指标，6家企业中有1家先不考虑将该项指标加入标准中，其他5家企业针对残余碱和残余锂指标的下限要求差异较大，暂时无法形成统一意见。且目前针对该项指标的测试方法，未形成统一标准，故该项指标建议依据供需双方协商确定的方法测试。

2.2.3.12 补锂比容量

产品在电压范围2.5 V~4.2 V，0.05 C充放电倍率下，产品LFO-I补锂比容量应≥700 mAh/g；650 mAh/g ≤ LFO-II补锂比容量＜700 mAh/g；600 mAh/g ≤ LFO-III补锂比容量＜650 mAh/g。

【条文说明】补锂添加材料的补锂比容量极为重要，其代表着材料的补锂能力。根据表15富锂铁酸锂产品补锂比容量的实测数据情况。本标准规定产品在电压范围2.5 V~4.2 V，0.05 C充放电倍率下，LFO-I补锂比容量应≥700 mAh/g；650 mAh/g ≤ LFO-II补锂比容量＜700 mAh/g；600 mAh/g ≤ LFO-III补锂比容量＜650 mAh/g。

2.2.3.13首次放电比容量

产品在电压范围2.5 V~4.2 V，0.05 C充放电倍率下，产品的首次放电比容量应≤100 mAh/g。

【条文说明】补锂添加材料作为一种牺牲型材料，主要是弥补正极材料首次充电形成SEI膜消耗的锂，从而提高电池的首效。如果补锂添加剂材料的首次放电比容量偏高，会导致电池首效降低，且导致SEI膜会不断破坏和重新形成，影响电池循环性能。表12为行业内富锂铁酸锂的研究、生产和使用的主要企业，对首次放电比容量要求的调研情况。结合实际应用需求及调研和表15实测数据，本标准规定产品在电压范围2.5 V~4.2 V，0.05 C充放电倍率下，首次放电比容量应≤100 mAh/g。

**表12 富锂铁酸锂产品首次放电比容量指标调研数据**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位 | A | B | C | D | E | F | G |
| 首次放电比容量  （mAh/g） | ≤100 | 0~50 | ≤100 | ≤50 | 13.5~31.4 | ≤5 | 113 |

2.2.3.12其他要求

需方如对富锂铁酸锂有特殊要求，可由供需双方协商确定。

2.2.4 试验方法

2.2.4.1 化学成分

产品的化学成分测试按GB/T 23942 的规定进行。

2.2.4.2 晶体结构

产品的晶体结构用X射线粉末衍射仪检测。

2.2.4.3 水分含量

产品的水分测试按GB/T 6283的规定进行。

2.2.4.4 耐湿性

产品的耐湿性测试按供需双方协商的方法进行。

【条文说明】目前行业内测试富锂铁酸锂材料的耐湿性，主要是采用在25 ℃，30%±2%湿度条件下，材料在20 min内抵抗潮湿环境侵蚀的能力——吸湿速率法，来评估产品的耐湿性。但目前针对富锂铁酸锂耐湿性的测试，行业内缺乏可以参照的统一的分析方法标准，暂定以供需双方协商的方法进行测试。

2.2.4.5 外观质量

产品外观质量在自然光下采用目视法检验。

2.2.4.6 pH值

产品的pH值测定按GB/T 9724的规定进行。

2.2.4.7 振实密度

产品的振实密度测定按GB/T 5162的规定进行。

2.2.4.8粉末压实密度

产品的压实密度测定按GB/ XXXX《锂离子电池材料 粉末压实密度的测定》的规定进行。

2.2.4.9比表面积

产品的比表面积测定按GB/T 19587的规定进行。

2.2.4.10粒度分布

产品的粒度分布测定按GB/T 19077的规定进行。

2.2.4.11 残余碱和残余锂含量

产品的残余碱和残余锂含量的测定由供需双方协商认可的方法进行。

【条文说明】目前行业内测试富锂铁酸锂产品的残余碱和残余锂含量，主要是参考GB/T 41704电位滴定法，将溶剂水换成无水乙醇来进行测试；由于碳酸锂并不溶于无水乙醇，该方法仅适用于残余氢氧化锂的测试，并不适用于残余碳酸锂，采用该方法测试的最终残余碱和残余锂结果并不准确，故针对产品的残余碱和残余锂含量的测定由供需双方协商认可的方法进行。

2.2.4.12补锂比容量

产品的补锂比容量测定按GB/T 42161的规定进行，各试验步骤应在相对湿度不大于10%，温度20 ℃~30 ℃的环境条件下进行。推荐充放电制度如下：

a）静置：不小于6 h；

b）恒流充电电流：0.05 C；

c）充电限制电压：4.2 V；

c）恒压充电终止电流：0.01 C；

d）静置10 min；

e）恒流放电电流：0.05 C；

f）放电终止电压：2.5 V。

2.2.4.13首次放电比容量

产品的首次放电比容量测定按GB/T 42161的规定进行，各试验步骤应在相对湿度不大于10%，温度20 ℃~30 ℃的环境条件下进行。推荐充放电制度如下：

a）静置：不小于6 h；

b）恒流充电电流：0.05 C；

c）充电限制电压：4.2 V；

c）恒压充电终止电流：0.01 C；

d）静置10 min；

e）恒流放电电流：0.05 C；

f）放电终止电压：2.5 V。

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

3.1 试验验证的分析

为保证标准内规定的产品理化指标符合实际生产需要，我们选择市面上4家主流的补锂添加剂材料生产企业，选择了其生产的主要富锂铁酸锂产品，进行产品验证试验，试验由10家单位按照标准内规定对所有涉及的理化和电性能指标进行交叉测试，详细测试结果如下表。结果显示，9个参与验证的产品指标均满足标准内规定的有关要求。

**表13 富锂铁酸锂化学成分验证结果**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **指标** | **主元素质量分数/%** | | **杂质元素质量分数/%** | | | | | |
| **Fe** | **Li** | **Na** | **Ca** | **Zn** | **Cu** | **Cr** | **K** |
| **1#样品** | 34.91 | 23.01 | 0.094 | 0.016 | 0.006 | 0.003 | 0.002 | 0.118 |
| **2#样品** | 33.31 | 21.97 | 0.025 | 0.030 | 0.028 | 0.008 | 0.002 | 0.071 |
| **3#样品** | 36.20 | 23.07 | 0.370 | 0.066 | 0.241 | 0.005 | 0.004 | 0.834 |
| **4#样品** | 34.96 | 22.47 | 0.003 | 0.000 | 0.001 | 0.000 | 0.001 | 0.001 |
| **5#样品** | 35.79 | 22.69 | 0.004 | 0.004 | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.001 |
| **6#样品** | 33.40 | 22.08 | 0.005 | 0.016 | 0.000 | 0.002 | 0.008 | 0.000 |
| **7#样品** | 33.03 | 22.54 | 0.423 | 0.025 | 0.008 | 0.004 | 0.007 | 0.058 |
| **8#样品** | 34.71 | 22.82 | 0.115 | 0.033 | 0.008 | 0.004 | 0.001 | 0.007 |
| **9#样品** | 35.97 | 23.31 | 0.000 | 0.062 | 0.007 | 0.005 | 0.008 | 0.157 |

**表14 富锂铁酸锂物化性能验证结果**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **指标** | **水分/%** | **耐湿性/g/（g·s）** | **外观质量** | **pH** | **振实密度/g/cm3** | **粉末压实密度**  **/g/cm³** | **比表面积/m2/g** | **D10/μm** | **D50/μm** | **D90/μm** |
| **1#样品** | 0.00 | 12.34 | 黑灰色 | 12.07 | 1.62 | 2.11 | 1.14 | 2.40 | 10.19 | 31.25 |
| **2#样品** | 0.01 | 11.22 | 黑灰色 | 12.05 | 1.60 | 2.11 | 1.32 | 2.41 | 10.35 | 31.40 |
| **3#样品** | 0.01 | 13.15 | 黑灰色 | 12.02 | 1.59 | 2.10 | 1.80 | 2.36 | 10.30 | 32.31 |
| **4#样品** | 0.01 | 0.94 | 黑色 | 12.41 | 1.38 | 1.82 | 0.61 | 4.63 | 8.80 | 16.10 |
| **5#样品** | 0.01 | 0.72 | 黑色 | 12.43 | 1.29 | 1.81 | 0.70 | 4.54 | 9.64 | 17.59 |
| **6#样品** | 0.05 | 0.49 | 黑色 | 12.48 | 1.25 | 1.78 | 1.28 | 4.69 | 7.32 | 12.05 |
| **7#样品** | 0.01 | 0.45 | 黑色 | 12.14 | 1.62 | 2.12 | 1.56 | 5.51 | 10.11 | 17.63 |
| **8#样品** | 0.01 | 1.12 | 黑色 | 12.16 | 1.67 | 2.09 | 0.60 | 4.79 | 9.80 | 17.38 |
| **9#样品** | 0.01 | 11.07 | 黑色 | 12.15 | 1.62 | 2.06 | 1.53 | 4.24 | 17.52 | 37.13 |

**表15 富锂铁酸锂电化学性能指标验证结果**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **指标** | **补锂比容量**  **（mAh/g）** | | | **首次放电比容量**  **（mAh/g）** |
| **LFO-I** | **LFO-II** | **LFO-III** |
| **1#样品** | / | 696.60 | / | 53.00 |
| **2#样品** | 719.00 | / | / | 51.00 |
| **3#样品** | 730.60 | / | / | 52.60 |
| **4#样品** | 714.31 | / | / | 41.41 |
| **5#样品** | / | 683.45 | / | 40.23 |
| **6#样品** | / | / | 634.18 | 53.00 |
| **7#样品** | / | / | 625.00 | 40.50 |
| **8#样品** | 725.80 | / | / | 57.00 |
| **9#样品** | / | 674.60 | / | 50.20 |

3.2 预期的经济效益、社会效益和生态效益

富锂铁酸锂材料（Li5FeO4）是目前锂离子电池补锂材料中的典型代表。Li5FeO4可适配于全部锂离子电池种类，提升包括磷酸盐体系、钴酸锂体系、三元体系（匹配硅基负极）锂离子电池的能量密度以及循环性能；工艺简便，只需在正极匀浆时加入，无需改造现有电池生产线；具有高性能、高性价比和高安全性等特点，将给新能源锂离子电池行业带来新一轮的技术提升。

目前，富锂铁酸锂材料处于初期市场导入阶段，但市场上已出现小批量富锂铁酸锂材料产品，受到新能源锂离子电池行业的多方重点关注，也已经有部分头部企业开始导入该产品。可以预见，富锂铁酸锂材料将在短期内成为新能源锂离子电池行业内的拳头产品，预计在2025年的市场需求将超过5万吨，市场规模将不低于250亿。然而，目前的富锂铁酸锂产品缺乏统一的产品标准，因此急需对该产品的分类、代号、技术指标项目和参数进行规范，以适应和满足即将到来的巨大的各方市场需求。

本标准的制定符合国家政策导向。富锂铁酸锂是《“十四五”工业绿色发展规划》《中国制造2025》《新能源汽车产业发展规划（2021-2035年》等政策文件鼓励的锂离子电池材料。

本标准按照富锂铁酸锂产品的生产和使用的实际情况，确定产品型号，并对产品中的关键性指标进行确定，使标准的技术指标规范合理，真正起到引领和促进行业进步的作用，达到统一和规范市场的目的。标准的制定及发布实施，对国内相关企业的生产管理和销售市场有着十分重要的指导性意义。

四、与国际、国外同类标准技术内容的比对情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对标情况

经查，国外无相同类型的标准。本标准达到了国内先进水平。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

经查，国外无相同类型的标准。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

与有关法律、行政法规及相关标准没有冲突。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧。

八、涉及专利的有关说明

经查，本标准不涉及国内外专利。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

由于本标准反映了富锂铁酸锂行业的需求，因此可积极向厂家及国内外用户推荐采用本标准。

十、其他应当说明的事项

无。

**《富锂铁酸锂》国家标准编制工作组**

2024-5-22