|  |  |
| --- | --- |
| ICS  | 77.160 |
| CCS  | H 71 |

|  |
| --- |
|  |

团体标准

T/CNIA XXXXX—XXXX

钠离子电池用正极材料镍铜铁锰酸钠

 Sodium nickel copper ferromanganate as a cathode material for sodium-ion battery

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

（本草案完成时间：2024.6.8）

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

发布

中国有色金属工业协会

中国有色金属学会

1. 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。

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：天津巴莫科技有限责任公司

本文件主要起草人：

钠离子电池用正极材料镍铜铁锰酸钠

* 1. 范围

本文件规定了镍铜铁锰酸钠的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、随行文件和订货单（或合同）内容。

本文件适用于钠离子电池用正极材料镍铜铁锰酸钠。

* 1. 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 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 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

GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则

GB/T 19077 粒度分布 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 41704 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

YS/T 1006.2《镍钴锰酸锂化学分析方法第2部分：锂、镍、钴、锰、钠、镁、铝、钾、铜、钙、铁、锌和硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》

JCPDS 50-6053

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 技术要求
		1. 化学成分

产品的化学成分应符合表1的规定。需方有特殊要求时，按供需双方协商的杂质元素种类进行测试。

1. 化学成分

| 化学成份 | 含量（质量分数）/% |
| --- | --- |
| 主元素含量 | Na | 17.00~23.00 |
| Ni+Cu+Mn+Fe | 46.95~56.00 |
| 杂质元素含量 | Cd | ≤0.02 |
| Cr | ≤0.02 |
| Pb | ≤0.02 |
| Si | ≤0.02 |
| S | ≤0.25 |

* + 1. 外观质量

产品的外观一般为黑色粉末，颜色均一，无结块。

* + 1. 水分含量

产品中的水分含量应不大于0.05 %。

* + 1. 残余钠含量

产品中的残余钠含量应不大于2.0 %。

* + 1. 磁性异物

产品中的磁性异物含量应不大于0.0003 %。

* + 1. pH值

产品的pH值应不大于13.0。

* + 1. 物理性能
			1. 晶体结构

产品的晶体结构应符合JCPDS标准（50-6053），与标准图谱相比无杂质相检出。

* + - 1. 振实密度

产品的振实密度应不小于1.4g/cm3。

* + - 1. 粒度分布

产品的粒度分布要求呈正态分布，D50应为3.0 μm ~ 15.0 μm。

* + - 1. 比表面积

产品的比表面积应为0.1~1.0 m2/g。

* + 1. 电化学性能
			1. 首次放电比容量

产品在电压范围2.0 V~4.0 V，0.1 C充放电倍率条件下的首次放电比容量应不小于120 mAh/g。

* + - 1. 首次充放电效率

产品在电压范围2.0 V~4.0 V，0.1 C充放电倍率条件下的首次充放电效率应不小于85 %。

* + - 1. 循环寿命

在常温下，产品在电压范围2.0 V~4.0 V，1.0 C充放电倍率条件下，放电容量达到首次循环放电容量的80 %时，循环次数应不低于100次。

* 1. 试验方法
		1. 化学成分

产品化学成分按附录A和附录B提供的方法进行测试。

* + 1. 外观质量

产品外观在自然光下采用目视法检验。

* + 1. 水分含量

产品的水分测定按GB/T 6283的规定进行。

* + 1. 残余钠含量

产品的残余钠含量测试参照GB/T 41704中的第5章“残余碱含量的测定”规定或按供需双方协商认可的方法进行。

* + 1. 磁性异物

产品的磁性异物含量测试按供需双方协商认可的方法进行。

* + 1. pH值

产品pH值的测定按GB/T 9724的规定进行。

* + 1. 物理性能
			1. 晶体结构

产品的晶体结构用X射线粉末衍射仪检测。

* + - 1. 振实密度

产品振实密度的测定按GB/T 5162的规定进行。

* + - 1. 粒度分布

产品粒度分布的测定按GB/T 19077的规定进行。

* + - 1. 比表面积

产品比表面积的测定按GB/T 19587的规定进行。

* + 1. 电化学性能

产品首次放电比容量、首次充放电效率及循环寿命按附录C的规定进行的测定。

* 1. 检验规则
		1. 检查与验收
			1. 产品应由供方或第三方检验部门进行检验，供方应保证产品质量符合本文件或订货单（或合同）的规定，并填写随行文件。
			2. 需方应对收到的产品按本文件的规定进行检验，如检验结果与本文件或订货单（或合同）的规定不符时，应在收到产品之日起30天内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，以仲裁样检测结果为准。
		2. 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一规格的产品组成，每批重量宜不超过5 t。需方有特殊要求时，可供需双方协商确定。

* + 1. 检验项目
			1. 检验分类

本文件规定的产品检验分为：

1. 逐批检验；
2. 周期检验。
	* + 1. 逐批检验

每批产品进行逐批检验。

* + - 1. 周期检验

周期检验在正常生产情况下，在确定的周期内应进行1次，周期检验宜为每半年或每月进行1次。需方有特殊要求时，可由供需双方协商确定。当原材料或生产工艺发生重大变化时或长期停产后恢复生产时应进行周期检验。

* + - 1. 检验项目及取样

产品检验项目及取样见表2。产品的取样方法按GB/T 5314规定进行，每批取样总量应不小于5 kg。

1. 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 |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 化学成分 | 每批1份 | 4.1 | 5.1 | 逐批检验 |
| 外观质量 | 逐包 | 4.2 | 5.2 | 逐批检验 |
| 水分含量 | 每批1份 | 4.3 | 5.3 | 逐批检验 |
| 残余钠含量 | 每批1份 | 4.4 | 5.4 | 逐批检验 |
| 磁性异物 | 每批1份 | 4.5 | 5.5 | 逐批检验 |
| pH值 | 每批1份 | 4.6 | 5.6 | 逐批检验 |
| 晶体结构 | 每批1份 | 4.7.1 | 5.7.1 | 周期检验 |
| 振实密度 | 每批1份 | 4.7.2 | 5.7.2 | 逐批检验 |
| 粒度分布 | 每批1份 | 4.7.3 | 5.7.3 | 逐批检验 |
| 比表面积 | 每批1份 | 4.7.4 | 5.7.4 | 逐批检验 |
| 首次放电比容量 | 每批1份 | 4.8.1 | 5.8 | 周期检验 |
| 首次充放电效率 | 每批1份 | 4.8.2 | 周期检验 |
| 循环寿命 | 每批1份 | 4.8.3 | 周期检验 |

* + 1. 检验结果判定

产品的化学成分、水分含量、残余钠含量、磁性异物、晶体结构、振实密度、粒度分布、比表面积和pH值的检验中有一项不合格时，则应从同一批产品中加倍取样。若复验结果仍有任一项指标不符合本文件要求，则判定该批产品不合格。

* + - 1. 产品的外观质量检验不合格时，判定该袋产品不合格。
			2. 按附录C规定的方法制成6支试验电池，任取其中3支电池做首次放电比容量和首次充放电效率的检验，若有2支性能达不到本文件要求，判不合格；但允许另取3支电池做重复试验，若有2支性能都达到本文件要求，判该批产品合格。
			3. 按附录C规定的方法制成6支试验电池，任取其中3支电池做循环寿命的检验，若有2支性能达不到本文件要求，判不合格；但允许另取3支电池做重复试验，若有2支性能都达到本文件要求，判该批产品合格。
	1. 标志、包装、运输、贮存和随行文件
		1. 标志

产品外包装应标明：

1. 供方名称、地址；
2. 产品名称；
3. 批号；
4. 净重；
5. 防潮字样或标志；
6. 本文件编号；
7. 生产日期。
	* 1. 包装

产品采用用铝塑袋包装，每袋净重20 kg或25 kg，抽真空热塑密封后装入外包装桶或纸箱中。也可按需方要求，协商确定包装方式。

* + 1. 运输

产品在运输过程应避免损坏包装，严禁与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混运。

* + 1. 贮存

产品应存放于通风、干燥、无腐蚀的环境中，避免受潮。产品自生产之日起，保质期为一年。

* + 1. 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或生产日期外，还宜包括：

1. 产品质量保证书：
	1. 产品的主要性能及技术参数；
	2. 产品特点（包括制造工艺及原材料的特点）；
	3. 对产品质量所负的责任；
	4. 产品获得的质量认证及带供方技术监督部门检印的各项分析检验结果。
2. 产品合格证：
	1. 检验项目及其结果或检验结论；
	2. 批量或批号；
	3. 生产日期；
	4. 检验日期；
	5. 检验员签名或盖章。
3. 产品质量控制过程中的检验报告及成品检验报告；
4. 产品使用说明：正确搬运、使用、贮存方法等；
5. 本文件编号；
6. 其他。
	1. 订货单（或合同）内容

需方可根据自身的需要，在订购本文件所列产品的订货单（或合同）内，列出如下内容：

1. 产品名称；
2. 批号；
3. 净重；
4. 本文件编号；
5. 其他。
6.

（规范性）

镍铜铁锰合量测试方法

电感耦合等离子体发射光谱法

* 1. 概要

本附录适用于镍铜铁锰酸钠中镍、铜、锰、铁含量及合量的测定，测定范围为镍含量10%~30%，铜含量10%~30%，锰含量10%~30%，铁含量10%~30%。

* 1. 原理

试料用盐酸溶解，在稀盐酸介质中，采用工作曲线法，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定镍、铜、铁、锰的发射强度，自工作曲线上查得各元素质量浓度并计算其质量分数。

* 1. 试剂和材料

除非另有说明，本附录所用试剂均为优级纯的试剂。

* + 1. 水，符合GB/T 6682规定的二级及以上纯度的水。
		2. 盐酸（1+1）。
		3. 镍、铜、铁、锰元素的标准贮存溶液（1 g/L）：购买国家有证标准贮存溶液。
		4. 镍、铜、铁、锰混合标准贮存溶液：分别移取10.00 mL镍标准贮存溶液（A.1.3）、10.00 mL铜标准贮存溶液（A.1.3）、10.00 mL铁标准贮存溶液（A.1.3）、10.00 mL锰标准贮存溶液（A.1.3），置于100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（A.1.2），以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg镍、铜、铁、锰。
	1. 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。200 nm时光学分辨率不大于0.007 nm；400 nm时光学分辨率不大于0.020 nm。

推荐的分析谱线见表A.1。

* 1. 推荐的分析谱线

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 波长/nm |
| Ni | 216.556 |
| Cu | 327.393 |
| Fe | 259.940 |
| Mn | 257.610 |

* 1. 样品

样品分析前应于110 ℃ ± 5℃下烘干2 h，取出，并置于干燥器中冷却至室温后称取。

* 1. 试验步骤
		1. 试料

称取0.5000 g（m0）样品（A.5），精确至0.000 1 g。

* + 1. 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

* + 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* 1. 测定
		1. 镍、铜、铁、锰含量的测定

将试料（A.6.1）置于100 mL烧杯中，用少量水润湿，缓慢加入20 mL盐酸（A.1.2），盖上表面皿，低温加热至完全溶解。冷却后移入250 mL（V1）容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。

移取5 mL（V2）试液（A.7.1.1），置于250 mL（V3）容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。

于电感耦合等离子体原子发射光谱仪（A.4）上，在选定的分析谱线测定空白试液（A.6.3）和试液（A.7.1.2）中待测元素的发射强度。自工作曲线上查得空白试液中待测元素的质量浓度（ρ1）和试液中待测元素的质量浓度（ρ2）。

* + 1. 工作曲线的绘制

移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL镍、铜、铁、锰元素混合标准溶液（A.1.4），分别置于一组100 mL的容量瓶中，各加入10 mL盐酸（A.1.2），以水稀释至刻度，混匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪（A.4）上按选定的分析谱线测定待测元素的发射强度，以待测元素的质量浓度为横坐标，对应的发射强度（减去“零”溶液的发射强度）为纵坐标，绘制待测元素的工作曲线。

* 1. 试验数据处理

镍、铜、铁、锰元素含量以该元素的质量分数*wx*计，按公式（A.1）计算：

 $ω\_{x}=\frac{\left(ρ\_{2}−ρ\_{1}\right)×V\_{3}×V\_{1}×10^{−6}}{m\_{0}×V\_{2}}×100\%$ (A.1)

式中：

$ρ\_{2}$——自工作曲线上查得试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

$ρ\_{1}$——自工作曲线上查得空白试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

$V\_{3}$——分取试液所定容的总体积，单位为毫升（mL）；

$V\_{1}$——试液定容的体积，单位为毫升（mL）；

$m\_{0}$——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）。

镍铜铁锰元素合量以镍、铜、铁、锰四种元素的质量分数加和$ω\_{Ni+Cu+Fe+Mn}$计，按公式（A.2）计算：

 $ω\_{Ni+Cu+Fe+Mn}=ω\_{Ni}+ω\_{Cu}+ω\_{Fe}+ω\_{Mn}$ (A.2)

式中：

$ω\_{Ni}$——镍元素的质量分数；

$ω\_{Cu}$——铜元素的质量分数；

$ω\_{Fe}$——铁元素的质量分数；

$ω\_{Mn}$——锰元素的质量分数。

（规范性）

钠、钙、铅、镉、锌、硫元素含量测试方法

电感耦合等离子体发射光谱法

* 1. 概要

本附录适用于镍铜铁锰酸钠中钠、钙、铅、镉、锌、硫元素含量的测定，各元素测定范围见表B.1。

* 1. 各元素测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 元素 | 质量分数/% |
| Na | 10.00～25.00 | Cr | 0.0005~0.0200 |
| Pb | 0.0005~0.0200 | Cd | 0.0005~0.0200 |
| Si | 0.01~0.20 | S | 0.0005~1.0000 |

* 1. 原理

试料用盐酸溶解，在稀盐酸介质中，采用工作曲线法，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定钠、钙、铅、镉、锌、硫的发射强度，自工作曲线上查得各元素质量浓度并计算其质量分数。

* 1. 试剂和材料

除非另有说明，本附录所用试剂均为优级纯的试剂。钠和硅标准贮存液使用非玻璃仪器操作。

水，符合GB/T 6682规定的二级及以上纯度的水。

盐酸（1+1）

硅、铅、镉、铬元素的标准贮存溶液（1 g/L）：购买国家有证标准贮存溶液。

钠标准贮存溶液（1 g/L）：购买国家有证标准贮存溶液。

硫标准贮存溶液（0.1 g/L）：购买国家有证标准贮存溶液。

硅、铅、镉、铬混合标准贮存溶液A：移取10.00 mL钙标准贮存溶液（B.3.3）、铅标准贮存溶液（B.3.3）、镉标准贮存溶液（B.3.3）、锌标准贮存溶液（B.3.3），置于100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（B.3.2），以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg硅、铅、镉、铬。

硅、铅、镉、铬混合标准贮存溶液B：移取10.00 mL硅、铅、镉、铬混合标准贮存溶液A（B.3.6），置于100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（B.3.2），以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg硅、铅、镉、铬。

钠标准贮存溶液：移取10.00 mL钠标准贮存溶液（B.3.4），置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg钠。

硫标准贮存溶液：移取1.00 mL硫标准贮存溶液（B.3.5），置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg硫。

* 1. 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。200 nm时光学分辨率不大于0.007 nm；400 nm时光学分辨率不大于0.020 nm。

推荐的分析谱线见表B.2。

* 1. 推荐的分析谱线

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 波长/nm |
| Na | 589.592 |
| Pb | 182.205 |
| Si | 212.412 |
| Cd | 228.802 |
| Cr | 283.563 |
| S | 182.034 |

* 1. 样品

样品分析前应于110 ℃ ± 5℃下烘干2 h，取出，并置于干燥器中冷却至室温后称取。

* 1. 试验步骤
		1. 试料

称取0.50 g（m0）样品（B.5），精确至0.000 1 g。

* + 1. 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

* + 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* + 1. 测定
			1. 硅、铅、镉、铬、硫含量的测定

将试料（B.6.1）置于50 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（B.3.2），盖上表面皿，低温加热至完全溶解。冷却后移入150 mL（V1）容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。

于电感耦合等离子体原子发射光谱仪（B.4）上，在选定的分析谱线测定空白试液（B.6.3）和试液（B.6.4.1.1）中待测元素的发射强度。自工作曲线上查得空白试液中待测元素的质量浓度（ρ1）和试液中待测元素的质量浓度（ρ2）。

若硫的上机浓度超过曲线最高点，须稀释合适的倍数进行再次测试元素的质量浓度（ρ2）。

* + - 1. 钠含量的测定

移取5.00 mL（V2）试样溶液（B.6.4.1.1）移入250 mL（V3）容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀。

于电感耦合等离子体原子发射光谱仪（B.4）上，在选定的分析谱线测定空白试液（B.6.3）和试液（B.6.4.2.1）中待测元素的发射强度。自工作曲线上查得空白试液中钠元素的质量浓度（ρ3）和试液中钠元素的质量浓度（ρ4）。

* + 1. 工作曲线的绘制

移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL硅、铅、镉、铬混合标准溶液（B.3.7），分别置于一组100 mL的容量瓶中，各加入10.00 mL盐酸（B.3.2），以水稀释至刻度，混匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪（B.4）上按选定的分析谱线测定待测元素的发射强度，以待测元素的质量浓度为横坐标，对应的发射强度为纵坐标，绘制待测元素的工作曲线。

移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL钠标准溶液（B.3.8），分别置于一组100 mL的容量瓶中，各加入10 mL盐酸（B.3.2），以水稀释至刻度，混匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪（B.4）上按选定的分析谱线测定待测元素的发射强度，以待测元素的质量浓度为横坐标，对应的发射强度为纵坐标，绘制待测元素的工作曲线。

移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20mL硫标准溶液（B.3.9），分别置于一组100 mL的容量瓶中，各加入10 mL盐酸（B.3.1），以水稀释至刻度，混匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪（B.4）上按选定的分析谱线测定待测元素的发射强度，以待测元素的质量浓度为横坐标，对应的发射强度为纵坐标，绘制待测元素的工作曲线。

* 1. 试验数据处理

硅、铅、镉、铬、硫元素含量以该元素的质量分数$ω\_{x}$计，按公式（B.1）计算：

 $ω\_{x}=\frac{\left(ρ\_{2}−ρ\_{1}\right)×V\_{1}×10^{−6}}{m\_{0}}$ (B.1)

式中：

$ρ\_{2}$——自工作曲线上查得试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；；

$ρ\_{1}$——自工作曲线上查得空白试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

$V\_{1}$——试液定容的体积，单位为毫升（mL）；

$m\_{0}$——试料的质量，单位为克（g）；

钠元素含量以该元素的质量分数$ω\_{Na}$计，按公式（B.2）计算：

 $ω\_{Na}=\frac{\left(ρ\_{3}−ρ\_{4}\right)×V\_{3}×V\_{1}×10^{−6}}{m\_{0}×V\_{2}}$ (B.2)

式中：

$ρ\_{4}$——自工作曲线上查得试液中钠元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；；

$ρ\_{3}$——自工作曲线上查得空白试液中钠元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

$V\_{1}$——试液定容的体积，单位为毫升（mL）；

$V\_{3}$——稀释后试液定容的体积，单位为毫升（mL）；

$m\_{0}$——试料的质量，单位为克（g）；

$V\_{2}$——称取的试液的体积，单位为毫升（mL）。

当测定计算结果≥0.10%时表示到小数点后两位，当0.010%≤计算结果＜0.10%时表示到小数点后三位，当计算结果＜0.010%时表示到小数点后四位，按GB/T 8170的规定进行修约。

（规范性）

镍铜铁锰酸钠电性能测试方法

* 1. 概要

本附录适用于镍铜铁锰酸钠首次放电比容量、首次充放电效率及循环寿命的测定。

* 1. 试剂和原料

镍铜铁锰酸钠。

钠离子电池电解液：碳酸乙烯酯（EC）与碳酸二乙酯（DEC）体积比1:1，含 1mol/L 六氟磷酸钠（NaPF6）。

乙醇：工业级。

N－甲基吡咯烷酮：电池级，纯度不小于99.9 %，水分不大于0.02 %。

粘结剂：聚偏二氟乙烯（PVDF），电池级，重均分子量不小于5×105，水分不大于0.10 %。

导电剂：乙炔黑或导电炭黑。

铝箔：电池级，厚度为 10 μm-20 μm 。

钠片：厚度为 0.10 mm-0.25 mm。

隔膜：聚烯烃多孔膜或玻璃纤维隔膜。

电池标准结构件。

* 1. 仪器

天平

分散搅拌机

真空烘箱

平板涂覆机

真空烘箱

冲片机

对辊机

惰性气体手套箱

恒温箱

电化学性能测试仪

* 1. 正极片的制备

镍铜铁锰酸钠（C.2.1）、导电剂（C.2.6）、粘结剂（C.2.5）用天平（C.3.1）按照一定配比进行称量，精确到 0.0001g。将称量的 N-甲基吡咯烷酮(NMP)，聚偏二氟乙烯(PVDF)加入到烧杯中,将烧杯置于分散搅拌机下（C.3.2）,分散搅拌直至聚偏二氟乙烯(PVDF)完全溶解,配成无色透明胶液。将称量的导电剂加人到上述无色透明胶液中，进行混合搅拌。缓慢加入称量的镍铜铁锰酸钠（C.2.1），分散搅拌均匀，使各种物料均匀混合。用平板涂覆机（C.3.4）将混合后的正极浆料均匀涂覆在铝箔（C.2.7）的一面上。将涂覆后的正极片放入烘箱（C.3.5)中，在110℃条件下烘烤2h~3h经真空烘箱干燥（C.3.5），使用冲片机（C.3.6）冲出直径(D)为12.0mm~15.0mm的正极片，采用对辊机（C.3.7）对烘干后的正极片辊压至目标厚度，用电子天平（C.3.1）进行称量，计算试验电池中正极活性物质镍铜锰酸锂的质量(m0)，质量精确到 0.00001g。

注：镍铁锰酸钠用真空包装袋包装，开封后立即称量制样。

* 1. 电池的组装

在惰性气体手套箱（水氧值≤0.0005%）（C.3.8）中，以金属钠片作为负极材料，与隔膜、钠离子电池电解液一起装配成试验电池，电池密封后，在恒温箱（C.3.9）中，用电化学性能测试仪（C.3.10）测试。

* 1. 电池的测试
		1. 首次放电比容量、首次充放电效率测试

将制作的试验电池在 25℃条件下，在电化学性能测试仪上进行充电-放电循环，充放电制度如下：

1. 0.1C 倍率电流充电，截止电流0.05C，充电限制电压 4.0V；
2. 0.1C 倍率电流放电，截止电流0.05C，放电终止电压 2.0V。
	* 1. 循环寿命测试

将制作的试验电池在 25℃条件下，在电化学性能测试仪上进行充电-放电循环，充放电制度如下：

1. 1C 倍率电流充电，充电限制电压 4.0V；
2. 1C 倍率电流放电，放电终止电压 2.0V。
	1. 计算方法

镍铜铁锰酸钠的首次充放电效率E，按式（C.1）计算。

 $E=\frac{C\_{d}}{C\_{c}}×100\%$ (C.1)

式中：

$C\_{d}$——首次放电容量，单位为毫安时（mA·h）；

$C\_{c}$——首次充电容量，单位为毫安时（mA·h）。

镍铜铁锰酸钠的首次放电比容量Q，按式（C.2）计算。

 $Q=\frac{C\_{d}}{m\_{0}}$ (C.2)

式中：

$C\_{d}$——首次放电容量，单位为毫安时（mA·h）；

$m\_{0}$——正极材料中活性物质镍铜铁锰酸钠的质量，单位为克（g）。

镍铜铁锰酸钠第n次循环放电容量与第1次循环放电容量之比$η\_{n}$，按式（C.3）计算：

 $η\_{n}=\frac{Q\_{n}}{Q\_{1}}×100\%$ (C.3)

式中：

$Q\_{n}$——第n次循环放电容量，单位为毫安时（mA·h）；

$Q\_{1}$——第1次循环放电容量，单位为毫安时（mA·h）。

镍铜铁锰酸钠的循环寿命按以下方法确定：当$η\_{n}$≥80%，$η\_{n+1}$<80%时的循环次数n，即为测试样品的循环寿命。

