

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

锂离子电池用磷酸

Phosphoric acid for lithium ion battery use

(征求意见稿)

20XX—XX—XX 发布

20XX—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。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

锂离子电池用磷酸

警告：按GB 12268—2012第6章的规定，本产品属于第8类腐蚀性物质。操作时应小心谨慎！如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了锂离子电池用磷酸的分级、要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于锂离子电池用磷酸。

注：该产品主要应用磷酸铁、磷酸锰铁、磷酸锂铁等电池用磷酸盐生产。

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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 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 8979 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB 12268—2012 危险货物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB/T 14599 纯氧、高纯氧和超纯氧

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： H_3PO_4

相对分子质量：97.99（按 2022 年国际相对原子质量）

5 分级

锂离子电池用磷酸按用途分为 2 个等级：

- a) Pre 级：主要用于锂电池前驱体的制造；
- b) Bat 级：主要用于电池生产。

6 要求

6.1 外观：无色透明或略带浅色的稠状液体。

6.2 锂离子电池用磷酸按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的要求。

表1

项 目	指标	
	Pre 级	Bat 级
磷酸（ H_3PO_4 ） $w/\%$	≥ 75	
总有机碳（以 C 计）， $w/\%$	\leq 湿法检验，热法 3 个月型式检验	
色度/黑曾	≤ 20	
硫酸盐（以 SO_4 计）/ (mg/kg)	150	30
氯化物（以 Cl 计）/ (mg/kg)	10	7
铝（Al）/ (mg/kg)	10	5
镉（Cd）/ (mg/kg)	5	2
钙（Ca）/ (mg/kg)	20	10
铬（Cr）/ (mg/kg)	10	5
钴（Co）/ (mg/kg)	10	5
铜（Cu）/ (mg/kg)	10	5
铅（Pb）/ (mg/kg)	5	2
镁（Mg）/ (mg/kg)	20	10
锰（Mn）/ (mg/kg)	10	5
镍（Ni）/ (mg/kg)	10	5

钾 (K) / (mg/kg)	≤	50	20
钠 (Na) / (mg/kg)	≤	50	20
锌 (Zn) / (mg/kg)	≤	10	5

7 试验方法

7.1 一般规定

本文件所用试剂或材料和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中表 1 规定的三级水, 试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下, 将试样置于聚乙烯瓶中, 用目视法判定外观。

7.3 磷酸含量的测定

7.3.1 重量法 (仲裁法)

7.3.1.1 原理

在酸性介质中, 试验溶液中的磷酸根与加入的沉淀剂喹钼柠酮形成沉淀。通过过滤、烘干、称量, 计算出磷酸含量。

7.3.1.2 试剂或材料

7.3.1.2.1 盐酸;

7.3.1.2.2 喹钼柠酮溶液。

7.3.1.3 仪器

7.3.1.3.1 玻璃砂坩埚: 孔径为 (5~15) μm ;

7.3.1.3.2 电烘箱: 温度能控制在 $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 或 $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

7.3.1.4 试验步骤

7.3.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 1g 试样, 精确至 0.000 2g, 置于 100 mL 烧杯中, 加 5mL 盐酸和少量水, 盖上表面皿, 煮沸 10min。冷却后移入 500mL 容量瓶中, 加 10 mL 盐酸, 用水稀释至刻度, 摇匀。

7.3.1.4.2 空白溶液的制备

除不加试样外, 其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同。并与试样同时进行同样处理。

7.3.1.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液和空白试验溶液分别置于 250 mL 烧杯中, 加水至总体积约 100 mL。加 35 mL 喹钼柠酮溶液, 盖上表面皿, 于水浴中加热至杯内物温度达 $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, 保持 30 s (加热时不得用

明火，加试剂或加热时不能搅拌，以免生成凝块）。冷却至室温，冷却过程中搅拌（3~4）次。用预先在 $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 或 $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤上层清液，用倾析法洗涤沉淀（5~6）次，每次用水约20 mL。将沉淀转移至玻璃砂坩埚中，继续用水洗涤（3~4）次。将玻璃砂坩埚置于 $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的电热干燥箱中，烘45 min或 $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 烘15 min，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至0.0002g。

7.3.1.5 试验数据处理

磷酸含量以磷酸（ H_3PO_4 ）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.04428}{m \times (10/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——空白溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

0.044 28——磷钼酸喹啉换算成磷酸的数值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

7.3.2 容量法

7.3.2.1 原理

以百里香酚酞为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定磷酸，以确定磷酸的含量。

7.3.2.2 试剂或材料

7.3.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.5\text{mol/L}$ 。

7.3.2.2.2 百里香酚酞指示液：1g/L。

7.3.2.3 试验步骤

称取约 1g 试样，精确至 0.000 2g。置于 250mL 锥形瓶中，加 80mL 水和 5 滴百里香酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液变为浅蓝色即为终点。

7.3.2.4 试验数据处理

磷酸含量以磷酸（ H_3PO_4 ）的质量分数 w_1 计，按公式（2）计算：

$$w_1 = \frac{(V/1000)cM}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V ——滴定试验溶液消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

M ——磷酸($1/2 \text{H}_3\text{PO}_4$)的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=49.00$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2 %。

7.4 总有机碳（以 C 计）的测定

7.4.1 湿化学氧化法

7.4.1.1 原理

试样在酸性条件下，通入氮气吹扫去除无机碳，经过硫酸钠氧化，在100℃下迅速生成成为二氧化碳，通过红外线分析仪检测出有机碳的含量。

7.4.1.2 试剂或材料

7.4.1.2.1 过硫酸钠溶液：100 g/L。称取 100 g 过硫酸钠，溶解于适量无二氧化碳的水中，用无二氧化碳的水稀释到 1000 mL。

7.4.1.2.2 磷酸溶液：5%。量取 59 mL 磷酸，用无二氧化碳的水稀释到 1000 mL。

7.4.1.2.3 碳标准储备溶液：1 mL 溶液含碳（C）1.0 mg。称取 2.1254 g 在 120 ℃±2 ℃干燥 2 h 的基准邻苯二甲酸氢钾，加无二氧化碳的水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

7.4.1.2.4 碳标准使用溶液：1 mL 溶液含碳（C）0.1 mg。用移液管移取 10 mL 碳标准储备溶液（见 7.4.1.2.3），置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

7.4.1.2.5 无二氧化碳的水。

7.4.1.3 仪器设备

总有机碳（TOC）分析仪：使用的高纯氮符合GB/T 8979的要求。

7.4.1.4 试验步骤

7.4.1.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 的碳标准使用溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，按照浓度从低到高的顺序依次进行测定，每测一个标准溶液仪器自动吸入 5.00 mL 对应标准溶液、0.50 mL 磷酸溶液、1.00 mL 过硫酸钠溶液。反应完全后，仪器自动测量标准曲线溶液的峰面积，从每个标准溶液的峰值中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

7.4.1.4.2 测定

称取约 3 g 试样，精确至 0.01 g。置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。用总有机碳（TOC）分析仪进行测定，仪器自动依次吸入 5.00 mL 试样溶液、0.50 mL 磷酸溶液、1.00 mL 过硫酸钠溶液。反应完全后，仪器自动测量溶液的峰面积，从标准曲线上查出试样溶液中碳的质量浓度（mg/L）。

7.4.1.5 试验数据处理

总有机碳（以 C 计）的质量分数 w_2 ，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 \times 0.1}{m_2 \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试样溶液中碳的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

0.1 ——试样溶液的体积，单位为升（L）；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.0005 %。

7.4.2 催化氧化燃烧法

7.4.2.1 原理

注射样品到燃烧炉高温区，样品中总有机碳在催化剂和氧气氛围中被分解为CO₂。产生的CO₂通过干燥单元干燥后被输送到非色散红外检测器。使用标准曲线法测定样品中的总碳含量和无机碳含量。总有机碳（TOC）等于总碳（TC）减去无机碳（IC）。

7.4.2.2 试剂或材料

7.4.2.2.1 总碳标准储备溶液：1 mL 溶液含碳（C）1.0 mg。称取 2.1254 g 在 120 °C ± 2 °C 干燥 2 h 的基准邻苯二甲酸氢钾，加无二氧化碳的水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

7.4.2.2.2 总碳标准使用溶液：1 mL 溶液含碳（C）0.1 mg。用移液管移取 10 mL 总碳标准储备溶液（见 7.4.2.2.1），置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

7.4.2.2.3 无机碳标准储备溶液：1 mL 溶液含碳（C）1.0 mg。称取 3.50 g 预先在硅胶干燥器中干燥 2 h 的碳酸氢钠和 4.41 g 在 280 °C ~ 290 °C 干燥 1 h 的基准碳酸钠，加无二氧化碳的水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

7.4.2.2.4 无机碳标准使用溶液：1 mL 溶液含碳（C）0.01 mg。用移液管移取 1.00 mL 无机碳标准储备溶液（见 7.4.2.2.3），置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

7.4.2.2.5 无二氧化碳的水。

7.4.2.3 仪器设备

总有机碳（TOC）分析仪：使用的高纯氧符合GB/T 14599的要求。

7.4.2.4 试验步骤

7.4.2.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 的总碳标准使用溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积，从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制总碳标准曲线。

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 的无机碳标准使用溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积，从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制无机碳标准曲线。

7.4.2.4.2 测定

称取约 3 g 试样，精确至 0.01 g。置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。用总有机碳（TOC）分析仪分别测定试样溶液中总碳和无机碳产生的峰面积，分别从总碳标准曲线和无机碳标准曲线上查出试样溶液中总碳和无机碳的质量的浓度（mg/L）。

7.4.2.5 试验数据处理

总有机碳（以 C 计）的质量分数 w_2 计，按公式（4）计算：

$$w_2 = \frac{(\rho_{TC} - \rho_{IC}) \times 0.1}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ρ_{TC} ——从标准曲线上查出的试样溶液中总碳的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_{IC} ——从标准曲线上查出的试样溶液中无机碳的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

0.1 ——试样溶液的体积，单位为升（L）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.0005 %。

7.5 色度测定

按 GB/T 605 规定方法进行测定。

7.6 氯化物、硫酸盐含量的测定——离子色谱法（仲裁法）

7.6.1 原理

采用离子排斥原理，将磷酸中强解离的氯离子、硝酸根和硫酸根分离，分离后的待测组分被离子交换浓缩柱富集，通过色谱柱分离，用检测器进行检测，以外标法计算出被测阴离子的含量。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 氯化物标准储备溶液：1 mL 溶液含氯化物（以 Cl 计）0.10 mg。将市售或按 HG/T 3696.2 配制的标准溶液用水准确稀释进行配制。

7.6.2.2 硫酸盐标准储备溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（SO₄）0.10 mg。将市售或按 HG/T 3696.2 配制的标准溶液用水准确稀释进行配制。

7.6.2.3 阴离子混合标准使用溶液：1 mL 溶液含氯化物（以 Cl 计）、和硫酸盐（SO₄）各 10 μg。用移液管（枪）移取氯化物标准储备溶液、硝酸盐标准储备溶液和硫酸盐标准储备溶液各 10 mL，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.6.2.4 水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m 的去离子水。

7.6.3 仪器设备

7.6.3.1 离子色谱仪：具有耐氢氟酸腐蚀的分析系统，并符合以下要求：

- a) 离子色谱仪精密度：RSD < 3 %；
- b) 色谱柱：被检测阴离子的分离度 R 不能低于 1.3；

- c) 离子排斥柱;
- d) 离子捕获柱;
- e) 阴离子浓缩柱;
- f) 检测器: 电导检测器;
- g) 抑制器: 自动电解再生阴离子膜抑制器或化学抑制器。

7.6.3.2 移液枪及枪头: 10 μL ~100 μL 和 100 μL ~1 000 μL 。

7.6.3.3 容量瓶: 容积为 50 mL、100 mL, 材质为四氟乙烯-全氟烷氧基乙烯基醚共聚物 (PFA)。

7.6.4 试验步骤

7.6.4.1 工作曲线溶液的制备

根据试样中阴离子含量不同, 按表2的规定选择合适的工作曲线, 使用适宜的移液管(枪)分别移取阴离子混合标准使用溶液20.0 μL 、40.0 μL 、80.0 μL 、100.0 μL 置于4个100 mL容量瓶中用水稀释至刻度, 摇匀。

7.6.4.2 试验

根据试样中所含阴离子含量不同, 称取1.0 g~25 g试样, 精确至0.000 2 g。缓慢置于已加入10 mL水的50 mL容量瓶中, 摇动至试样与水混合均匀, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 摇匀。

将离子色谱仪调整至最佳工作状态(参考操作条件见附录B), 按仪器操作程序将工作曲线溶液和试验溶液等体积依次进样测定, 以工作曲线溶液中被测阴离子的质量浓度($\mu\text{g/L}$)为横坐标, 对应的峰面积为纵坐标绘制工作曲线。根据所测试验溶液的峰面积, 从工作曲线上查得各阴离子的质量浓度($\mu\text{g/L}$)。

同时做空白试验, 除不加试样外, 其他加入的试剂或材料量与试样完全相同, 并与试样同时同样处理。

7.6.5 试验数据处理

阴离子含量以质量分数 w_3 计, 数值以毫克每千克(mg/kg)表示, 按公式(5)计算:

$$w_3 = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times 0.05 \times 10^{-3}}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

ρ_x ——从工作曲线上查得试验溶液中阴离子的质量浓度的数值, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

ρ_0 ——从工作曲线上查得空白试验溶液中阴离子的质量浓度的数值, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

m ——试样质量的数值, 单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值与算术平均值之比不大于10%。

7.7 硫酸盐含量的测定——目视比浊法

7.7.1 原理

在盐酸介质中，钡离子与硫酸根离子生成难溶的硫酸钡，当硫酸根离子含量较低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体，使溶液混浊，利用硫酸盐形成的混浊度与标准比对溶液以目视比浊法测定。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 盐酸溶液：1+2。

7.7.2.2 硫酸钾乙醇溶液：0.2 g/L，将 0.02 g 硫酸钾溶解到 100 mL 30% 乙醇溶液中。

7.7.2.3 氯化钡溶液：250 g/L。

7.7.2.4 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（ SO_4 ）0.01 mg。用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T3696.2 配制的氯化物标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现配现用。

7.7.3 仪器设备

比色管：50 mL。

7.7.4 试验步骤

称取 $1\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于比色管中，加入 0.5 mL 盐酸溶液，作为试验溶液。

将 0.25 mL 硫酸钾乙醇溶液与 1 mL 氯化钡溶液混合（晶种液），放置 1 min 后，加入到上述试验溶液中，并稀释至 50 mL，摇匀，放置 5 min，所呈浊度与标准比浊溶液比较。

移取硫酸盐标准溶液：15.00 mL（Pre 级）或 3.00 mL（Bat 级），稀释至与试液相同体积，与同体积试验溶液同时同样处理。

将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管同时置于黑色背景上，在自然光下，自上向下观察，其浊度不得深于标准比浊溶液。

7.8 氯化物含量的测定——比浊法

7.8.1 原理

在硝酸性介质中，样品中氯化物与加入的硝酸银生成氯化银白色沉淀，通过与标准比浊溶液比较，确定样品中的氯化物含量。

7.8.2 试剂或材料

7.8.2.1 硝酸溶液：1+2。

7.8.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

7.8.2.3 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.01 mg。用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T3696.2 配制的氯化物标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现配现用。

7.8.3 试验步骤

称取 $2.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 样品，置于 25 mL 比色管中。用水稀释至约 20 mL，加 2 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，与氯化物标准比浊液比较。试验溶液的浊度不应大于标准比浊溶液。

氯化物标准比浊溶液：用移液管移取 2.00 mL（Pre 级）、1.40 mL（Bat 级）氯化物标准溶液，置于

25 mL 比色管中，与样品同时同样处理。

7.9 阳离子含量的测定

7.9.1 标准加入法（仲裁法）

7.9.1.1 原理

在电感耦合等离子体质谱仪（ICP-OES）上采用标准加入法测定试样中的各阳离子含量。

7.9.1.2 试剂或材料

7.9.1.2.1 阳离子标准溶液：1 mL 溶液含阳离子 0.01 mg。将市售或按 HG/T 3696.2 配制的各阳离子标准溶液（Al、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、K、Mg、Mn、Na、Ni、Pb、Zn）用水准确稀释进行配制。

7.9.1.2.2 水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m 的去离子水。

7.9.1.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

7.9.1.4 试验步骤

7.9.1.4.1 试验溶液的制备

称取 50 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 容量瓶中，加水至约 90 mL，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

7.9.1.4.2 标准曲线溶液的制备

按表 2 分别配制系列工作曲线溶液 I 和系列工作曲线溶液 II，分别用水稀释至刻度，摇匀。

表2

系列标准 溶液名称	标准溶液含有的离子种类	标准溶液加入量/mL	硝酸溶液 加入量/mL	试样加入质 量/mL	容量瓶容积 /mL
I	Al、Cd、Cr、Co、Cu、Pb、 Mn、Ni、Zn	0.00、1.00、3.00、5.00	5.0	4.00	100
II	Ca、Mg 、K 、Na	0.00、2.50、5.00、10.00	5.0	2.00	100

7.9.1.5 试验

按照电感耦合等离子体发射光谱的操作规程，调节仪器至最佳工作状态。使用表 3 列出的测定波长，将系列标准溶液由低浓度到高浓度依次导入仪器系统，测定各待测元素的发射光谱强度。以扣除试剂空白的发射光谱强度值为纵坐标，系列标准溶液中待测元素对应的质量浓度（mg/L）为横坐标，将曲线反向延长与横坐标相交，交点即为各被测阳离子的质量浓度（mg/L）。

表3

元素	分析谱线波长/nm	元素	分析谱线波长/nm	元素	分析谱线波长/nm
铝	396.152	铬	267.716	镉	214.439
钴	228.615	铜	324.754	铅	220.353
锰	259.610	镍	231.604	锌	206.200
钙	396.847	镁	285.213	钾	766.491
钠	589.592				
可根据仪器优化各元素的分析谱线。					

7.9.1.6 试验数据处理

阳离子含量以质量分数 w_4 计，数值以微克每千克（mg/kg）表示，按公式（6）计算：

$$w_4 = \frac{\rho_x \times 0.1}{m \times (v/100) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (6)$$

式中：

ρ_x ——从工作曲线上查得试验溶液中被测阳离子的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

V ——工作曲线溶液中移取试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值与算术平均值之比不大于30%。

7.9.2 标准曲线法

7.9.2.1 原理

在电感耦合等离子体质谱仪（ICP-OES）上采用标准曲线法测定试样中的各阳离子含量。

7.9.2.2 试剂或材料

见7.9.1.2中的规定。

7.9.2.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

7.9.2.4 试验步骤

7.9.2.4.1 标准曲线溶液的绘制

按表4分别配制系列工作曲线溶液Ⅰ和系列工作曲线溶液Ⅱ，分别用水稀释至刻度，摇匀。

表4

系列标准溶液名称	标准溶液含有的离子种类	标准溶液加入量/mL	硝酸溶液加入量/mL	容量瓶容积/mL
Ⅰ	Al、Cd、Cr、Co、Cu、Pb、Mn、	0.00、1.00、3.00、5.00	5.0	100

	Ni、Zn			
II	Ca、Mg、K、Na	0.00、2.50、5.00、10.00	5.0	100

按照电感耦合等离子体发射光谱的操作规程，调节仪器至最佳工作状态。使用表 3 列出的测定波长，将系列标准溶液由低浓度到高浓度依次导入仪器系统，测定各待测元素的发射光谱强度。以扣除试剂空白的发射光谱强度值为纵坐标，系列标准溶液中待测元素对应的质量浓度（mg/L）为横坐标绘制工作曲线。

7.9.2.4.2 试验溶液的测定

称取1 g试样，精确至0.000 2 g，置于100 mL 容量瓶中，加水至约90 mL，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。与标准曲线溶液同样的测定条件下对试验溶液进行测定，由仪器自动计算出试验溶液中硫酸盐的质量浓度。

7.9.2.5 试验数据处理

阳离子含量以质量分数 w_4 计，数值以微克每千克（mg/kg）表示，按公式（7）计算：

$$w_4 = \frac{\rho_x \times 0.1}{m \times (v/100) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (7)$$

式中：

ρ_x ——试验溶液中被测阳离子的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

V ——工作曲线溶液中移取试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值与算术平均值之比不大于 30 %。

8 检验规则

8.1 第 6 章中规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一级别的锂离子电池用磷酸为一批。槽罐灌装时，每槽罐为一批。每批产品不超过 200 t。

8.3 采样应符合 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定。在洁净环境中使用专用的采样器进行采样，采样前先清洗采样器和采样瓶。将产品混匀后采样，分装于清洁、干燥的塑料瓶中，密封保存。所取样品不少于 2 瓶，每瓶不少于 500 mL。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名，产品名称，批号，等级、采样日期和采样者姓名，一瓶保存备查，其他瓶用于检验，保留时间由生产厂根据实际需要确定。

8.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8.5 检验结果中如有指标不符合本文件要求时，应重新自包装物中采取两倍量样品进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品为不合格。

9 标志、标签和随行文件

9.1 锂离子电池用磷酸包装物上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号、GB 190—2009 第3章中规定的“腐蚀性物质”标志和GB/T 191—2008 规定的“向上”标志。

9.2 每批出厂的锂离子电池用磷酸都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。也可按照供需双方协商确定。

10 包装、运输、贮存

10.1 锂离子电池用磷酸产品应装在耐酸性物质腐蚀的容器中，包装类别应符合GB 12268—2012 中表1的规定，包装件限制质量应符合GB 12463—2009 中附录A的规定，包装质量应符合Ⅲ类包装性能试验。

10.2 锂离子电池用磷酸的运输应符合危险货物运输安全监督管理的相关规定及JT/T 617（所有部分）的要求。运输过程中应防止曝晒和猛烈撞击。严禁与碱类、易（可）燃物、活性金属粉末同车混运。

10.3 锂离子电池用磷酸的贮存应符合GB 15603的规定。
