

制定锂离子电池用磷酸化工行业标准编制说明

（征求意见稿）

1 任务来源

根据工业和信息化部办公厅工信厅科〔2023〕42号《关于印发2023年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》的要求在2024年完成《锂离子电池用磷酸》化工行业标准的修订工作，计划编号2023-0625T-HG。本次制定主要由贵州磷化（集团）有限责任公司等、贵州川恒化工股份有限公司等单位共同负责起草。由全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责技术归口。

二、目的和意义

本项目为新材料领域重点项目，电池用磷酸属于《战略性新兴产业分类（2018）》分类中“1.2.3 高储能和关键电子材料制造中的3849*其他电池制造和3985* 电子专用材料制造”。项目符合《国家标准化发展纲要》中“引领新产品新业态新模式快速健康发展。实施新产业标准化领航工程，开展新兴产业、未来产业标准化研究，制定一批应用带动的新标准”以及工信部等六部门印发的《关于“十四五”推动石化化工行业高质量发展的指导意见》中“（三）实施“三品”行动，提升化工产品供给质量”的有关要求；同时也符合《2021年工业和信息化标准工作要点》中“加强产业基础标准制定。开展化工新材料、……等新材料和关键材料标准制定；……，增强重点产业和关键环节自主可控能力”的有关要求。在国家新能源汽车（2021-2035）发展规划、碳达峰和碳中和等利好政策推动下，绿色储能市场需求不断增加，新能源行业进入快速发展阶段。新能源电池正极材料以三元材料、磷酸铁锂为主，磷酸铁锂电池凭借其安全性、经济性等优势迎来大好发展机遇。

电池用磷酸作为生产制造磷酸铁的主要原料，其品质的优劣直接影响磷酸铁的质量和下游磷酸铁锂电池的性能，因此电池行业对磷酸的物理、化学性质等指标有了差异性要求，并在不同磷酸铁生产工艺中对钠、锌等指标有一定要求，一般电池用磷酸由工业磷酸精制净化制得。

原材料工业是国民经济的基础和支柱产业，其发展水平直接影响着制造业发展的质量和效益。本标准结合电池行业的要求，合理设置指标项目及参数，规范电池用磷酸的产品质量，可为上下游行业健康发展提供重要的技术支撑和科学依据，对推动下游行业产品质量不断进步，提高磷酸铁锂电池的安全性及使用寿命，进而促进上下游产业链健康可持续高质量发展奠定基础。同时通过制定统一的电池用磷酸标准，对推广先进生产技术、规范产品质量、指导企业生产、解决高端专用化学品技术瓶颈、避免低端产品通过价格竞争扰乱行业秩序具有十分重要的意义。

三、标准简要编制过程

1、制定标准调研阶段（2023. 12）

根据工业和信息化部办公厅 2023 年第二批行业标准制修订项目计划，要求在 2024 年完成锂离子电池用磷酸化工行业标准的制定工作。首先查阅了国内外标准及有关技术资料，并向相关单位发函，就标准制定的相关问题及情况进行调查，在此基础上提出了文献小结。

2、制定标准工作方案会阶段（2024. 3）

2024 年 3 月在成都市召开了制定《锂离子电池用磷酸》化工行业标准工作方案会，经过讨论初步确定了指标项目及相应的试验方法等内容。根据讨论结果，工作小组提出了工作方案及工作进度，标准起草小组协商确定了标准的相关内容和试验方法。

3、征求意见阶段（2024. 6）

工作方案会后，标准起草小组单位汇总了资料，并对资料进行了分析，确定了标准内容。在此基础上提出标准征求意见稿及编制说明。向无机化工分技术委员会的委员、生产、使用及检验机构等单位发送了电子文件征求意见稿及编制说明，并在网上公开征求意见。

四、锂离子电池用磷酸概况

1 产品性质

75%的磷酸为无色透明粘稠状液体，无臭，味很酸。熔点 42.35℃。易溶于水，溶于乙醇。其酸性比硫酸、盐酸和硝酸等强酸弱，但较醋酸、硼酸等弱酸强。能刺激皮肤引起发炎、破坏肌体组织。浓磷酸在瓷器中加热时有侵蚀作用。有吸湿性。

2 生产工艺

湿法磷酸经溶剂萃取法也叫液-液萃取或抽提，是基于磷酸可溶于有机溶剂中，而其他杂质则不被萃出，从而使磷酸与杂质分离而达到净化。在湿法磷酸净化技术中，溶剂萃取法具有所得产品纯度高、生产工艺和设备相对比较简单、能耗低、原料消耗少、生产能力大、分离效果好、回收率高、环境污染小、生产过程易于实现自动化与连续化，而且有利于资源的综合利用等优点。

3 生产企业及规模

我国从 2018 年到 2022 上半年我国磷酸铁锂电池正极材料出货量呈阶梯式上升，同比增速几乎呈直线上升趋势，并且 2022 年上半年出货量已达到 17.8 万吨，超 2020 年全年出货量 5.4 万吨。对于电池用磷酸的需求也是暴增。

五、标准编制原则

标准起草单位在标准编制过程中，本着以与实际相结合，促进技术进步，资源综合利用及科学性、规范性的制订原则。

1、符合性

本次制定紧密结合现有湿法磷酸净化生产实际状况，电池用户对磷酸的质量需求，标准进行符合性的设置。以此达到充分满足国内电池用磷酸生产企业和用户的需求。

2、先进性

通过本标准的制定，从规范行业生产，维护行业稳定，促进行业健康发展出发，与目前净化工艺相结合设置标准内容。

3、实用性

标准的内容便于实施，并且易于被国内同行业所引用和借鉴。

六、标准编制依据

- 1、根据目前国内的实际生产状况，并结合产品的应用情况。
- 2、生产企业的质量月报。
- 3、试验验证数据和对比分析数据。

4、国家标准 GB/T2091—2008《工业磷酸》、GB 1886.304—2020《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸（湿法）》、HG/T 4069-2022《工业湿法净化磷酸》。

七 标准内容的确定

1 范围

本标准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。本标准适用于锂离子电池用磷酸。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 分级

本标准制定根据用途不同分为锂离子电池用磷酸按用途分为 2 个等级：Pre 级：主要用于锂电池前驱体的制造； Bat 级：主要用于电池生产。

3 指标项目设立及指标值的设定

本次标准的制定共设定磷酸、总有机碳、色度、硫酸盐、氯化物、铝、镉、钙、铬、钴、铜、铅、镁、锰、镍共 15 项指标项目。指标值依据目前企业净化水平和电池用磷酸用户的要求设置，具体设置如下表。

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

4 试验方法的确定

① 磷酸含量的测定

本次制定参考了 HG/T 4069-2022《工业湿法净化磷酸》设置了重量法和酸碱滴定法，其中重量法为仲裁法。

喹钼柠酮重量法是利用喹钼柠酮与磷酸根定量生成磷钼酸喹啉沉淀，经过滤、洗涤、烘干及称重，根据沉淀的质量计算磷酸的含量。酸碱滴定法则是利用磷酸的酸性，使用氢氧化钠为滴定剂，终点时 pH 发生突跃，通过指示剂变色来指示终点。这两种方法为测定磷酸含量的经典方法。

② 总有机碳含量的测定

目前有机碳（TOC）分析仪的使用已非常普遍，该方法非常经典，测定结果准确可靠，分析成本低，适合企业分析使用。根据目前对企业的调查发现，总有机碳分析仪分为湿化学氧化法和催化氧化燃烧法两种。因此本次制定标准确定采用这两种总有机碳分析仪测定总有机碳含量。

③ 色度

本次制定标准直接引用 GB/T 605《化学试剂色度测定通用方法》。

④ 硫酸盐含量的测定

本标准采用是目视限量比浊法，该方法是利用氯化钡与少量的硫酸盐反应生成白色硫酸钡沉淀，沉淀悬浮于溶液中产生白色的浊度，通过与标准溶液比较浊度判断结果。该方法是测定微量硫酸盐的常用方法，操作简单方便，适合工厂分析。

本次制定同时并列离子色谱法，该方法为仲裁法。

⑤ 氯化物含量的测定

本标准采用目视限量比浊法，该方法是利用硝酸银与少量的氯化物反应生成白色氯化银沉淀，沉淀悬浮于溶液中产生白色的浊度，通过与标准溶液比较浊度判断结果。该方法是测定微量氯化物的常用方法，操作简单方便，适合工厂分析。

本次制定同时并列离子色谱法，该方法为仲裁法。

⑥ 杂质金属离子的测定

本标准采用了电感耦合等离子体发射光谱法：试样经酸溶解后，由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体，在高温和惰性气体中被充分蒸发、原子化、电离和激发，发射出所含元素的特征谱线，根据元素浓度与元素特征谱线的强度的关系，对相应元素进行定量分析。电感耦合等离子体发射光谱法是测定微量元素的常用方法，具有检出限低、可多元素同时测定、测定速度快，测定结果准确的优点。

八、标准属性

本标准推荐为推荐性标准。

九、水平分析

本标准根据我国锂离子电池用磷酸的实际生产情况和用户的需要进行制定，分析方法完善，适于生产企业日常检验快速准确的需要，分析方法均采用经典的方法，数据准确、可靠。本标准达到国内先进水平。

《锂离子电池用磷酸》连续批次产品质量数据

项 目	批次											
	6/12	6/11	6/10	6/10	6/9	6/9	6/9	6/9	6/8	6/8	6/6	6/5
	8:39	8:57	21:21	9:21	22:40	21:04	9:20	3:01	21:36	7:12	00:31	8:51
	V1376	V1376	v1376	V1377	V1377	V1376	V1377	V1377	V1376	1376	V1377	V1377
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
磷酸（H ₃ PO ₄ ）w/%	85.19	85.25	85.25	85.16	85.16	85.16	85.16	85.16	85.05	85.05	85.23	85.23
总有机碳（以 C 计），w/%												
色度/黑曾	10	10	10	10	10	10	10	10	10	13	10	10
硫酸盐（以 SO ₄ 计）/ （mg/kg）	31	25	25	29	29	29	29	29	27	29	24	22
氯化物（以 Cl 计）/（mg/kg）	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
铝（Al）/（mg/kg）												
镉（Cd）/（mg/kg）	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
钙（Ca）/（mg/kg）	4	2	2	4	4		4	4				
铬（Cr）/（mg/kg）												
钴（Co）/（mg/kg）												
铜（Cu）/（mg/kg）												
铅（Pb）/（mg/kg）	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
镁（Mg）/（mg/kg）	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
锰（Mn）/（mg/kg）												
镍（Ni）/（mg/kg）												

钾 (K) / (mg/kg)												
钠 (Na) / (mg/kg)	29	7	7	2	2	1	2	2	1	1	9	1
锌 (Zn) / (mg/kg)												