



中华人民共和国国家标准

GB/T 23367.2—2009

钴酸锂化学分析方法 第2部分：锂、 镍、锰、镁、铝、铁、钠、钙和铜量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of lithium cobalt oxide—
Part 2: Determination of lithium, nickel, manganese, magnesium, aluminium,
iron, sodium, calcium and copper content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2009-03-19 发布

2010-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 23367《钴酸锂化学分析方法》分为两个部分：

——第1部分：钴量的测定 EDTA 滴定法；

——第2部分：锂、镍、锰、镁、铝、铁、钠、钙和铜量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第2部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由中信国安盟固利电源技术有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由金川镍钴研究设计院、中信国安盟固利新能源科技有限公司参加起草。

本部分主要起草人：其鲁、晨晖、李卫、图雅、潘海云、江卫军、同格拉格、吴琼、祁世青。

钴酸锂化学分析方法 第2部分：锂、
镍、锰、镁、铝、铁、钠、钙和铜量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 23367 的本部分规定了锂离子电池正极材料钴酸锂中锂、镍、锰、镁、铝、铁、钠、钙、铜含量的测定方法。

本部分适用于锂离子电池正极材料钴酸锂中锂、镍、锰、镁、铝、铁、钠、钙、铜含量的测定。测定范围见表1。

表 1

元 素	测定范围/%
锂	6.00~8.00
镍	0.01~0.20
锰	0.01~0.20
镁	0.01~0.20
铝	0.01~0.20
铁	0.01~0.20
钠	0.01~0.20
钙	0.01~0.20
铜	0.01~0.20

2 方法提要

试料用盐酸溶解，在盐酸介质中，按仪器优化后的工作条件及推荐的分析谱线，采用工作曲线法，利用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定锂、镍、锰、镁、铝、铁、钠、钙、铜量，其中锂的测定是采用与试样组成相似的钴基体匹配的标准溶液。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和 18.2 MΩ·cm 二次纯化水或相当纯度的水。

- 3.1 盐酸(1+1)。
- 3.2 盐酸(5+95)。
- 3.3 锂标准贮存溶液：1.00 mg/mL。
- 3.4 镍标准贮存溶液：1.00 mg/mL。
- 3.5 锰标准贮存溶液：1.00 mg/mL。
- 3.6 镁标准贮存溶液：1.00 mg/mL。
- 3.7 铝标准贮存溶液：1.00 mg/mL。
- 3.8 铁标准贮存溶液：1.00 mg/mL。

- 3.9 钠标准贮存溶液:1.00 mg/mL。
- 3.10 钙标准贮存溶液:1.00 mg/mL。
- 3.11 铜标准贮存溶液:1.00 mg/mL。
- 3.12 钴基体溶液:称取 3.000 0 g 金属钴(质量分数≥99.99%)于 400 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸(3.1),低温溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 3.0 mg 钴。
- 3.13 混合标准溶液 A:分别移取 10.00 mL 镍标准贮存溶液(3.4)、锰标准贮存溶液(3.5)、镁标准贮存溶液(3.6)、铝标准贮存溶液(3.7)、铁标准贮存溶液(3.8)、钠标准贮存溶液(3.9)、钙标准贮存溶液(3.10)、铜标准贮存溶液(3.11),置于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.2)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 100 μg 镍、锰、镁、铝、铁、钠、钙、铜。
- 3.14 混合标准溶液 B:移取 10.00 mL 混合标准溶液 A(3.13),置于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.2)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 10 μg 镍、10 μg 锰、10 μg 镁、10 μg 铝、10 μg 铁、10 μg 钠、10 μg 钙、10 μg 铜。

4 仪器

4.1 仪器及分辨率

电感耦合等离子体原子发射光谱仪,谱线半高宽应不大于 0.030 nm。

4.2 分析谱线

表 2 中列出推荐的分析线。

4.3 检出限及测定下限

检出限及测定下限应不大于表 2 所列。

表 2

元素	波长/nm	检出限/(μg/mL)	测定下限/(μg/mL)
锂	610.362	0.052 1	0.261
镍	221.648	0.000 5	0.003
锰	257.610	0.000 3	0.002
镁	280.271	0.000 5	0.003
铝	396.153	0.000 6	0.003
铁	259.939	0.000 5	0.003
钠	589.592	0.000 6	0.003
钙	396.847	0.002 1	0.011
铜	324.752	0.000 3	0.002

4.4 仪器的短期稳定性

被测元素最大质量浓度溶液连续测量 5 次,其发射光绝对强度的相对标准偏差应小于 0.8%。

4.5 工作曲线的线性

工作曲线的线性,其相关系数应大于 0.999。

5 试样

5.1 试样应通过 50 μm 筛。

5.2 试样分析前应在 110 ℃±5 ℃烘干 2 h,并置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 3

待测元素的质量分数/%	试料量/g
0.01~0.05	0.50
>0.05~0.20	0.20
6.0~8.0	0.10

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)放入 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.1),放于低温电热板上加热溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 标准系列溶液的配制

6.4.2.1 分别移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、30.00 mL、40.00 mL 混合标准溶液 B (3.14),置于一组 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2.2 分别移取 0 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL、12.50 mL 锂标准贮存溶液(3.3)置于一组已加入 20.00 mL 钴基体溶液(3.12)的 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 测量

6.4.3.1 当仪器运行稳定后,按照仪器优化的工作条件及推荐的分析谱线波长(表 2),以标准系列溶液(6.4.2.1)测定镍、锰、镁、铝、铁、钠、钙、铜的发射光强度;以标准系列溶液(6.4.2.2)测定锂发射光强度。由低到高测量标准系列溶液中被测元素的发射光强度。分别以被测元素的质量浓度为横坐标,发射光强度为纵坐标,计算机自动绘制工作曲线。

6.4.3.2 测量试料溶液和随同试料空白溶液中被测元素的发射光强度,计算机自动由工作曲线计算出被测元素的质量浓度。

7 分析结果的计算

待测元素的含量以待测元素的质量分数 w_M 计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w_M = \frac{(\rho_M - \rho_0) \times V \times V_2 \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- ρ_M ——试液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——测定试液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料质量,单位为克(g)。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表 4 所列允许差。

表 4

元 素	质量分数/%	允许差/%
镍、锰、镁、铝、 铁、钠、钙、铜	0.010~0.030	0.003
	>0.030~0.100	0.012
	>0.10~0.20	0.02
锂	6.0~8.0	0.15

9 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当两者都没有时,也可用控制样品代替),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。