**行业标准**

**《镍钴二元素复合氧化物》**

**编制说明**

**（征求意见稿）**

**浙江华友钴业股份有限公司**

**2019年6月**

**一、工作简况**

**1.1 任务来源**

根据《工业和信息化部办公厅关于印发2018年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科[2018]31号）及全国有色金属标准化技术委员会《关于转发2018年第一批有色金属行业标准、协会标准制（修）订项目计划的通知》有色标委[2018]33号的文件精神，由浙江华友钴业股份有限公司负责起草《镍钴二元素复合氧化物》行业标准，项目计划编号2018-0514T-YS，计划于2020年完成。

**1.2 标准制定的必要性**

 新能源汽车已经成为节能环保大战略的重要组成部分。《中国制造2025》明确了动力电池发展规划：2020年，电池能量密度达到300Wh/kg；2025年，电池能量密度达到400Wh/kg。正极材料的好坏，直接决定了电池的最终性能，而且正极材料在电池成本中所占比例高达40%左右。目前常见的动力电池锂离子正极材料有LiNixCoyMnzO2，LiFePO4，LiNixCoyAlzO2等，其中以镍钴锰三元锂电高镍型811与NCA最有可能满足这一指标。

硫酸镍、硫酸钴与氢氧化钠溶液、氨水经湿法共沉淀得到镍钴二元复合氢氧化物，镍钴二元复合氢氧化物经过焙烧后制得镍钴二元素复合氧化物，其具有振实密度高、杂质含量低、能量密度高等优点，是用于制备镍钴酸锂和镍钴铝酸锂等正极材料的重要原材料。以镍钴酸锂和镍钴铝酸锂为正极材料的锂电池，具有比容量高、热稳定性和循环稳定性好、倍率性能优良等突出优点，在电子设备、通讯和新能源汽车等领域具有广阔的应用前景。国内三元锂电材料产能正在经历扩张高峰，对前驱体材料的需求量很大，势必带动其产能快速扩张。同时，国家通过实施新的补贴政策和“双积分”政策，引导和鼓励新能源汽车企业使用能量密度更高、续航里程更远的动力电池，未来市场对于高镍多元材料的需求量将进一步增加，对镍钴二元素复合氢氧化物的需求量也在持续增加。

2018年标准化工作要点中也明确提出，要围绕培育发展中高端消费、绿色低碳、共享经济、现代供应链、人力资本服务等新业态、新动能发布实施新材料标准领航行动计划，加大先进基础材料、关键战略材料及前沿新材料标准的有效供给。

因此，镍钴二元复合氧化物行业标准的制定十分必要，且迫在眉睫。

**1.3适用范围**

本标准规定了镍钴二元素复合氧化物的技术要求、试验方法、检验规则和包装、标志、运输、贮存、质量预报单、订货单（或合同）等内容。

本标准适用于湿法共沉淀法生产的镍钴二元素复合氧化物，是用于制备镍钴酸锂和镍钴铝酸锂等正极材料的重要原材料。

**1.4标准项目的可行性及拟解决的问题**

随着电动汽车市场的兴起，中国市场新能源汽车爆发式增长，国内各大电池材料商家都在扩产布局。目前国内做正极材料前驱体的企业主要包括浙江华友钴业股份有限公司、华友新能源科技（衢州）有限公司、格林美股份有限公司、湖南邦普循环科技有限公司、宁波荣百新能源科技有限公司、中伟新材料有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、金驰能源材料有限公司、浙江帕瓦新能源股份有限公司等，预计未来随着新能源汽车产量的迅速增加，会进一步拉动锂电池正极材料及其前驱体的需求增长。

根据国务院颁布的《节能与新能源汽车产业发展规划(2012-2020年)》中提及的目标，至2020年动力电池模块的能量密度达到300Wh/kg(对应的单体电池能量密度至少达到330Wh/kg以上)，镍钴二元材料与锰酸锂、三元材料、磷酸铁锂等传统正极材料相比，具有电压平台高、比容量高、安全性能好，热稳定性和循环性能好、倍率性能优越，高电压电池配组容易等优势，在动力电池领域有广阔的应用前景，是最有可能满足这一指标的前驱体材料之一。

然而，目前我国也尚无相应的国家标准或行业标准，制定该行业标准，对镍钴二元素复合氧化物的性能指标、检测方法等关键技术内容进行规定，能够促进国内企业生产工艺装备、技术水平、试验检测的升级发展，加强供需双方的技术理解和交流，指导和规范产品的生产和贸易，满足市场相关领域的不同需求。

**1.5 承担单位情况及主要工作过程**

**1.5.1承担单位情况**

浙江华友钴业股份有限公司成立于2002年，是一家专注于锂电新能源材料制造、钴新材料深加工以及钴、铜有色金属采、选、冶的高新技术企业。公司经过16年的发展，形成了总部在桐乡、资源保障在非洲、制造基地在衢州、市场在全球的集采、选、冶及钴新材料深加工一体化的产业格局。

公司主要产品为四氧化三钴、氧化钴、碳酸钴、氢氧化钴、硫酸钴等钴产品以及各种规格的三元前驱体镍钴锰（NCM）、镍钴铝（NCA）和镍钴二元（NC）等系列多元锂电前驱体。目前锂电前驱体产品主要国外客户为韩国的三星SDI、L&F和GSME，主要国内客户为天津巴莫、湖南杉杉、北京当升、北大先行等，公司通过这些客户间接为宝马、大众、特斯拉、华为、三星、LGC和苹果公司提供动力电池、储能电池及手机电池的原材料。钴产品主要用于新能源汽车动力电池正极材料、3C产品（计算机、通讯和消费类电子产品）用电池正极材料、航空航天高温合金、硬质合金等领域。公司是中国最大的钴产品供应商，钴产品产量位居世界前列。其中锂电正极材料市场占比：中国25%，全球15%。

公司始终将科技创新放在突出位置，在钴铜湿法工艺、钴新材料、环境保护领域拥有国内一流的自主核心技术；公司设有省级企业技术中心和高新技术研发中心，公司的技术团队为浙江省重点企业技术创新团队。公司已经获得授权的专利72项，其中发明专利46项，实用新型专利24项，通过知识产权贯标，为浙江省专利示范企业；公司牵头和参与起草的国家标准、行业标准共计80多项，是行业标准的重要制定者。

华友钴业始终坚持科技创新和科学管理，在锂电正极材料前驱体、钴铜湿法工艺、钴新材料、环境保护领域拥有了国内一流的自主核心技术，公司通过了ISO9001、ISO14001、OHSAS18001、GB/T19022、GB/T15496和AQ/T9006六合一管理体系的认证，公司的精细化管理水平处于行业领先地位；公司是浙江省绿色企业、浙江省工业经济循环示范企业、浙江省清洁生产企业、国家安全生产标准化二级企业，为公司做强做大钴产业提供了坚实保障。

**1.5.2主要工作过程**

2018年7月，浙江华友钴业股份有限公司接受《镍钴二元素复合氧化物》行业标准编制任务后，成立了《镍钴二元素复合氧化物》行业标准编制组，标准编制工作组成员查阅了大量的资料，收集、整理、对比分析了了国内镍钴二元素复合氧化物的技术资料，结合浙江华友钴业股份有限公司多年对镍钴二元素复合氧化物的使用情况，编制组组织相关技术和管理人员进行多次讨论后，2018年10月初步确定了《镍钴二元素复合氧化物》的主要技术指标，提出了该标准的征求意见稿。

1. **标准编制原则**
2. 以满足国内镍钴二元素复合氧化物的实际生产和使用的需要为原则，提高标准的适用性。
3. 完全按照GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第一部分：标准的结构和编写》的要求编写。
4. 以与实际结合为原则，提高标准的可操作性。

**三、标准主要内容的依据**

**3.1企业生产和使用情况**

**3.1.1国内外主要使用的企业**

镍钴二元素氢氧化物的主要使用客户为国内外一些电池正极材料供应商，如：日本化学工业株式会社、户田工业株式会社和住友金属工业株式会社；国内广东芳源环保股份有限公司、荆门格林美新材料有限公司、深圳市贝特瑞新能源材料有限公司、桑顿新能源科技有限公司、北京当升材料科技有限公司、深圳市比克电池有限公司等，使用企业根据使用需求对生产企业的主要产品指标提出要求。

**3.2 批次验证情况**

本标准所规定的检验项目符合镍钴二元素复合氧化物生产制作工艺要求，各项指标满足锂离子电池生产设备的设计要求，同时适用于工业化生产镍钴二元素复合氧化物材料的实际水平。产品经过3个批次的验证，具体数据如下：

1）化学成分见 表2

表1 化学成分测试结果

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 生产批号 | 主含量/wt/%  | 杂质含量ppm |
| Ni | Co | Cu | Fe | Zn | Ca | Mg | Al | Mn | S | Si | H2O |
| 镍85 | 64.28 | 11.79 | ND | 11 | 1 | 51 | 22 | 1 | 48 | 1149 | 17 | 3100 |
| 镍90 | 68.34 | 7.62 | ND | 7 | 1 | 8 | 10 | 3 | 33.4 | 1232 | 22 | 5200 |
| 镍92 | 70.94 | 5.63 | ND | 5.3 | 1 | 10 | 37 | 3 | 35.4 | 1125 | 20 | 4500 |

2） 物理性能见 表3

表2 物理性能测试结果

|  |  |
| --- | --- |
| 物理性能 | 测试结果 |
| 批号 | 镍85 | 镍90 | 镍92 |
| 松装密度（g/cm3） | / | / | / |
| 振实密度（g/cm3） | 1.87 | 1.73 | 2.02 |
| D10(μm) | 3.33 | 2.64 | 10.86 |
| D50(μm) | 4.98 | 3.50 | 13.25 |
| D90(μm) | 7.45 | 4.58 | 16.04 |
| 比表面积（m2/g） | 74.79 | 71.86 | 50..65 |

**3.3 产品的主要指标及确定依据**

**3.3.1化学成分**

镍钴二元素复合氧化物所含元素中Ni、Co二个元素为主元素，依据常规要求，其标准范围的制定是根据镍钴二元素复合氧化物的理论分子式及生产工艺和测试结果综合而定的。杂质元素标准范围主要是依据客户的技术规格书、原材料品位及生产工艺的实际水平来制定的，同时参考了YS/T 1125-2016《镍钴铝酸锂》、YS/T 1127-2016《镍钴铝三元素复合氢氧化物》、GB/T 26300-2010《镍钴锰三元素复合氢氧化物》、GB/T 20252《钴酸锂》、GB/T 24533《锂电池石墨类负极材料》、YS/T 798-2012《镍钴锰酸锂》及YS/T 825-2013《钛酸锂》几个同类材料国标行标中杂质元素的种类及标准范围的相关内容。见表1。

表3 化学成分

|  |  |
| --- | --- |
| 化学成分 | 含量（质量分数）/% |
| 主含量 | Ni | 63.5-74.7 |
| Co | 3.90-15.8 |
| 杂质含量 | Cu  | ≤0.005 |
| Fe | ≤0.005 |
| Zn | ≤0.005 |
| Ca | ≤0.009 |
| Mg | ≤0.003 |
| Na | ≤0.01 |
| Mn | ≤0.01 |
| Al | ≤0.005 |
| S | ≤0.12 |
| Cl | ≤0.02 |
| H2O | ≤0.5% |
| M.I | ≤0.00002% |

**3.3.2松装密度和振实密度**

为了满足客户的使用要求，同时考虑到生产工艺实际水平和总体性能均衡，标准规定了镍钴二元素复合氧化物的松装密度定应在0.4g/cm3~1.2g/cm3范围内，振实密度应不小于1.2g/cm3。

**3.3.3 粒度分布**

镍钴二元素复合氧化物为微米级粉体材料，粒度分布要求呈正态分布，且不可过于宽化，根据目前生产工艺水平，以及镍钴二元素复合氧化物自身特点，标准规定了镍钴二元素复合氧化物的粒度分布特征值范围： D50应在3.0-18.0μm。

**3.3.4 比表面积**

考虑到客户使用时，能更好的控制烧结过程，标准规定了镍钴二元素复合氧化物的比表面积应不大于35 m2/g

**3.3.5 微观形貌**

在众多镍钴二元素复合氧化物的微观形貌中，球形和类球形颗粒的压实密度是最高的，也是层状结构和均一性最好的，标准规定了镍钴二元素复合氧化物的微观形貌为球形或类球形。

**3.3.6 其他**

上述指标包含目前市面上绝大部分镍钴二元素复合氧化物的产品范围，若需方有特殊要求，供需双方可根据需求协商上述技术指标。

**3.4 试验方法**

**3.4.1 化学成分**

产品化学成分的测定按供需双方协商认可的方法进行。

**3.4.2 水分含量**

产品水分含量的测定按GB/T 6283的规定进行。

**3.4.3 磁性异物**

产品磁性异物含量的测定按GB/T 24533–2009中附录K的规定进行。

**3.4.4 物理性能**

参照其他前驱体如镍钴锰氢氧化物和镍钴铝氢氧化物中产品振实密度的测定方法，规定本标准中产品的振实密度测定按照GB/T 5162的规定进行。

参照其他前驱体如镍钴锰氢氧化物和镍钴铝氢氧化物中产品松装密度的测定方法，规定本标准中产品的振实密度测定按照GB/T 1479.1的规定进行。

参照其他前驱体如镍钴锰氢氧化物和镍钴铝氢氧化物中产品粒度分布的测定方法，规定本标准中产品的振实密度测定按照GB/T 19077的规定进行。

参照其他前驱体如镍钴锰氢氧化物和镍钴铝氢氧化物中产品比表面积的测定方法，规定本标准中产品的振实密度测定按照GB/T 13390的规定进行。

参照其他前驱体如镍钴锰氢氧化物和镍钴铝氢氧化物中产品微观形貌的测定方法，规定本标准中产品的振实密度测定按照GB/T 13390的规定进行。

参照其他前驱体如镍钴锰氢氧化物和镍钴铝氢氧化物中产品外观质量的测定方法，规定本标准中产品外观质量直接通过目视检查，方便快捷。

**3.5 产品检验项目及取样数量**

3.5.1每批产品的检验项目及取样数量见表4

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 检验项目 | 取样数量 | 要求的章条号 | 试验方法的章条号 |
| 化学成分 | 每批1份 | 4.1 | 5.1 |
| 水分含量 | 每批1份 | 4.2 | 5.2 |
| 磁性异物 | 每批3份 | 4.3 | 5.3 |
| 松装密度 | 每批3份 | 4.4.1 | 5.4.1 |
| 振实密度 | 每批3份 | 4.4.2 | 5.4.2 |
| 粒度分布 | 每批5份 | 4.4.3 | 5.4.3 |
| 比表面积 | 每批3份 | 4.4.4 | 5.4.4 |
| 微观形貌 | 每批1份 | 4.4.5 | 5.4.5 |
| 外观质量 | 逐桶（袋） | 4.5 | 5.5 |

表4 每批产品的检验项目及取样数量

**3.5.2 取样**

产品的取样按GB/T 5314的规定进行。每批取样总量应不少于5kg。

**3.5.3 检验结果判定**

产品检验结果的判定按6.4的规定进行。

**3.6 包装、标志、运输、贮存和质量预报单**

产品包装、标志、运输、贮存和质量预报单应与标准第7章规定的内容一致。

**四、标准水平分析**

**4.1采用国际标准和国外先进标准的程度**

经查，国外无相同类型的标准。

**4.2国际、国内外同类标准水平对比分析**

经查，国外无相同类型的标准。

**4.3与现有标准及制定中标准协调配套情况**

本标准不存在与相关法律法规相抵触之处，也不与其他标准相冲突。

1. **与有关现行法律、法规和强制性国家标准冲突情况**

 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

1. **重大分歧意见的处理经过和依据**

无重大分歧

1. **标准作为强制性标准或推荐性标准的建议**

建议作为中国有色金属标准化技术委员会推荐性标准。

1. **贯彻标准的要求和措施建议**

本标准反映了镍钴二元素氢氧化物行业的需求，因此可积极向厂家及国内外用户采用本标准。

1. **废止现行有关标准的建议**

无。

1. **其他予以说明的事项**

无。

标准编制组

 二〇一九年六月