富锂锰基正极材料化学分析方法

第5部分：氯含量的测定

氯化银比浊法

预审稿编制说明

广东省科学院工业分析检测中心

二O二0年九月

富锂锰基正极材料化学分析方法

第5部分：氯含量的测定

氯化银比浊法

预审稿编制说明

1 任务来源

根据工业和信息化部标准计划项目（2018-2030T-YS~2035T-YS）的安排要求，全国有色金属标准化技术委员会于2019年5月28日~30日在新疆乌鲁木齐组织召开了《富锂锰基正极材料化学分析方法》系列标准（共6个部分）的任务落实会，会上确定了各部分的负责起草单位、验证单位及工作进度安排。广东省科学院工业分析检测中心承担《富锂锰基正极材料化学分析方法 第5部分：氯含量的测定 氯化银比浊法》起草任务，国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、广东邦普循环科技有限公司、中金岭南有色金属股份有限公司、天齐锂业股份有限公司、广西分析测试研究中心等单位协助起草，项目计划编号：2018-2034T-YS,完成年限2020年。

2 起草单位情况

广东省科学院工业分析检测中心是我国从事金属材料、冶金产品、化工产品、再生资源质量检测、欧盟环保（RoHS）指令的有害物质检测、金属材料综合利用检测与咨询、评价以及分析测试技术研究的专业机构。先后隶属于广州有色金属研究院、广东省工业技术研究院（广州有色金属研究院），2015年12月经广东省机构编制委员会批准成为广东省科学院属下的独立二级事业法人单位。中心拥有电子探针、透射电镜等300余台套仪器设备。实验室面积约4000平方米。中心近十年来获得省部级科技进步奖20项。累计申请专利15件。承担国家、省级各类项目50余项，主持和参与国家、行业标准200余项，发表专著5部，发表论文300余篇。

该单位为本标准的主编单位，负责该标准项目的调研、资料收集和制定试验方案，负责具体的试验，技术参数的确定以及标准资料的编写、上报等工作。

3 工作过程

3.1进度安排

1、2019年6月~7月，组建《富锂锰基正极材料化学分析方法》起草小组，落实标准起草小组组长及成员的任务、收集标准用样品；

2、2019年8月~2020年5月，完成相应的分析方法研究内容，形成相应的征求意见稿、研究报告、征求意见表等。

3、2020年6月，将相应分析方法标准文本、研究报告、验证样品分别寄往各验证单位（一验单位要验证全部条件试验；二验单位只做精密度试验）；

4、2020年9月，标准预审会；

5、2020年 月，标准审定会。

3.2 实验部分

 实验部分见附件1：试验报告

4 标准编写原则和编写格式

本标准是根据GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》和GB/T 20001.4-2001《标准编写规则第4部分：化学分析方法》的要求进行编写的。编制本标准的目的是以能满足《富锂锰基正极材料化学分析方法 第5部分：氯含量的测定 氯化银比浊法》准确快速测定要求为基础。编制本标准的原则是准确、具有一定的先进性和操作简单性。根据国情制订技术规范并力求与国外先进技术接轨。

5 标准编写的目的和意义

 待统一

6 国内外有关工作情况

国内外尚未查询到已发布的富锂锰基正极材料氯含量的测定的分析检测标准。目前国内外测定低含量氯方法主要有氯化银比浊法、离子色谱法、滴定法、离子选择电极法等，离子色谱法和离子选择电极法样品前处理的过程比较繁琐，滴定法主要测高含量氯，测低含量氯误差较大，氯化银比浊法测定范围广，选择性好，方法快速，准确度高，本标准选择用氯化银比浊法来测定富锂锰基正极材料中氯的含量。

7 标准适用范围

本部分适用于富锂锰基正极材料中氯含量的测定。测定范围：0.010%～0.15% 。

**8 标准制订的主要内容与依据**

见附件1：试验报告

**9 协同试验**

**9.1 精密度试验**

根据国家标准GB/T 6379.2-2004确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法（ISO 5725-2：1994，IDT）的规定，对收到的全部数据进行统计分析。原始数据及统计结果见附件2。

9.2 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *WCl*/ % |  |  |  |
| *r*/ % |  |  |  |

9.3 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结

果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表4数据采用线性内插法或外延法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  *WCl*/ % *wFe*/ % |  |  |  |
| *R*/ % |  |  |  |

**10 标准征求意见稿意见汇总与处理**

在协同试验和标准预审过程中，征求的意见以及对意见的分析处理，详见《意见汇总表》。

**11 标准水平分析**

本标准在技术内容、文本结构上与相应的国内标准等同

**12 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系**

本标准符合相关现行法律、法规和强制性国家标准，没有冲突。

**13 重大分歧意见的处理经过和依据**

无。

**14 贯彻标准的要求和措施建议**

建议颁布本标准为推荐性行业标准，供相关组织参考采用。

**15 废止现行有关标准的建议**

无。

**16 其他应予说明的事项**

本标准遵守下列基础标准：

GB/T 1.1标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写规则

GB/T 20001标准编写规则第4部分：化学分析方法

GB/T 17433冶金产品化学分析基础术语

GB/T 11792测试方法的精密度在重现性或再现性条件下所得测试结果可接受的检查和最终测试结果的确定。

附件1：试验报告

一 前言

根据工业和信息化部标准计划项目（2018-2030T-YS~2035T-YS）的安排要求，2019年5月全国有色金属标准化技术委员会召开任务落实会议，我中心承担《富锂锰基正极材料化学分析方法 第5部分：氯含量的测定 比浊法》起草任务。

二 试验部分

1 范围

本部分规定了富锂锰基正极材料中氯含量的测定方法。

本部分适用于富锂锰基正极材料中氯含量的测定。测定范围：0.010%～0.15%。

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/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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试料用硝酸、双氧水溶解，加入硝酸银形成悬浊液，于370nm处测定吸光度，扣除试料空白，从工作曲线上查得氯的质量浓度。

5 试剂

 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 氯化钠（工作基准试剂）。

5.2 双氧水（30%，V/V）

5.3 硝酸(*ρ=*1.42 g/mL)

5.4 硝酸(1+1)。

5.5 丙三醇（1+1）。

5.6 硝酸银溶液（17 g/L）：8.5 g硝酸银溶解于500 mL水中。储于棕色瓶中，如有浑浊则过滤使用。

5.7 氯标准贮存溶液:称取1.6485 g经500℃～600℃灼烧至恒重的基准氯化钠（5.1）于250 mL烧杯中,加150 mL水溶解，移入l000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg氯。

5.8 氯标准溶液：移取氯标准贮存溶液（5.7）10.00 mL于500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含20 μg氯。

6 仪器

6.1 分光光度计。

6.2 水浴锅。

6.3 天平。

6.4 恒温干燥器。

7 试样

7.1 样品粒度不大于0.150 mm。

7.2 分析样品预先按供需双方协商的条件烘干，从烘箱中取出即迅速置于干燥器中，冷却至室温后立即称取。

8 分析步骤

8.1 试料

按表1称取试料，精确至0.0001 g。

表1 称取试样量及分取试液体积

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 氯含量/% | 试料量/g | 定容体积/mL | 分取量/mL | 分取后定容体积/mL |
| ≥0.01～0.05 | 0.50 | 100 | 20 | 50 |
| ＞0.05～0.15 | 0.25 | 100 | 20 | 50 |

8.2 测定次数

 独立地进行两次测定，取其平均值。

8.3 空白试验

 随同试料做试剂空白试验。

8.4 测定

8.4.1 按表1称取试料，精确至0.0001 g，将试料置于150 mL烧杯中，在不断搅拌下缓慢加入10 mL硝酸(5.4)，加入1 mL双氧水（5.2），继续搅拌。在100℃水浴中加热至试料完全溶解，冷却,转移至100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。按表1同时分取试液2份。

8.4.2 一份溶液加入2.0 mL丙三醇（5.5），按表1用水定容至刻度，混匀后作为样品空白溶液。

8.4.3 另一份溶液补加2 mL硝酸（5.4），加水至40 mL左右，加入2.0 mL丙三醇（5.5），加入2.0 mL硝酸银（5.6）[每加一种试剂均需摇匀]。用水定容至刻度，混匀，于暗处放置5 min。

8.4.4 移取溶液（8.4.2和8.4.3）于2 cm吸收皿，以水为参比，随同试剂空白溶液于分光光度计波长370 nm处测量吸光度，待测样品（8.4.3）吸光度减去样品空白溶液（8.4.2）吸光度即为实际样品吸光度，从工作曲线上查得相应的氯的质量浓度（溶液侧定保证在30 min内完成）。

8.4.5 工作曲线的绘制

用移液管分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL氯标准溶液(5.8)于一组50 mL容量瓶中，加入4 mL硝酸(5.4)，与试料溶液8.4.3“加水至40 mL左右”开始同步操作，将部分溶液移入于2 cm吸收皿，以水为参比测定吸光度（溶液测定保证在30 min内完成）。以氯的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

9 分析结果的计算

氯的含量以氯的质量分数*ωCl*计，按公式(1)计算：

*ωCl*=×100%……………………………………（1）

式中：

*ρ0*——试样溶液中氯的质量浓度的数值，单位为微克每毫升(μg/mL)；

*ρ1*——空白溶液中氯的质量浓度的数值，单位为微克每毫升(μg/mL)；

*V0*——定容体积，单位为毫升(mL);

*V1*——分取量，单位为毫升(mL);

*V2*——分取后定容体积，单位为毫升(mL);

*m0*——试料的质量，单位为克(g)；

计算结果保留两位有效数字，数值修约按照GB/T 8170规定执行。

三 结果与讨论

1 样品溶解方法的选择

富锂锰基正极材料，通常采用王水可完全溶解，但测定氯离子不能加入盐酸，只能用硝酸溶解，而用单一的硝酸不能将其完全溶解。研究了硝酸加过氧化氢来溶解样品，考察过氧化氢加入量对样品溶解的影响。试验结果表明：硝酸（1+1）加入量为10mL，过氧化氢加入量为1.0mL以上时样品均能完全溶解，本方法选择过氧化氢加入量为1.0mL，过量的过氧化氢通过适当加热分解去除。

硝酸用量试验结果表明：当过氧化氢加入量为1.0mL，硝酸（1+1）为5 mL以上时样品均能完全溶解。为了确保试液有足够的酸度避免亚硫酸根、碳酸根、碳酸氢根等阴离子的干扰，本方法选择加入硝酸（1+1）10mL和过氧化氢1.0mL来溶解样品。

2 测定波长的选择

按试验方法，其他条件不变，分别移取 2 mL、4 mL标准工作溶液（20ug/mL）于 50 mL容量瓶中，在360 nm～400 nm处测定吸光度。

表1 波长的选择

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 波长λ（nm） | 360 | 365 | 370 | 375 | 380 | 385 | 390 | 395 | 400 |
| 吸光度A | 0.8 ug/mL | 不稳定 | 不稳定 | 0.103 | 0.098 | 0.096 | 0.093 | 0.092 | 0.090 | 0.087 |
| 1.6 ug/mL | 不稳定 | 不稳定 | 0.204 | 0.197 | 0.191 | 0.187 | 0.184 | 0.182 | 0.176 |

试验结果表明，随着波长的增加，吸光度逐渐降低，当测定波长低于370nm时，吸光度不稳定，本分方法选择波长370nm处测定吸光度。

3 酸度对测定的影响

按试验方法，其他条件不变，分别移取 2 mL、4 mL标准工作溶液（20ug/mL）于 50 mL容量瓶中，加入硝酸（1+1）2 mL～10 mL，考察硝酸加入量对测定的影响。

表2 硝酸加入量的选择

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 硝酸加入体积（mL） | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 |
| 吸光度A | 0.8 ug/mL | 0.102 | 0.103 | 0.101 | 0.102 | 0.103 |
| 1.6 ug/mL | 0.204 | 0.204 | 0.205 | 0.203 | 0.205 |

试验结果表明，加入硝酸（1+1） 2 mL～10 mL时吸光度基本不变，酸度对测定影响不大，测定时为了使样品与标液酸度保持一致，标液选择加入4 mL硝酸（1+1）。

4 硝酸银加入量的选择

按试验方法，其他条件不变，分别移取 2 mL、4 mL标准工作溶液（20ug/mL）于 50 mL容量瓶中，加入4 mL硝酸（1+1），加入硝酸银溶液（17 g/L）1 mL～5 mL，考察硝酸银加入量对测定的影响。

表3 硝酸银加入量的选择

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 硝酸银加入体积（mL） | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 吸光度A | 0.8 ug/mL | 0.103 | 0.103 | 0.102 | 0.102 | 0.103 |
| 1.6 ug/mL | 0.203 | 0.204 | 0.203 | 0.203 | 0.205 |

试验结果表明，加入1 mL～5 mL硝酸银溶液（17 g/L），吸光度基本不变。为确保分析不同样品时氯离子能完全沉淀，硝酸银要适当过量，本方法选择加入2 mL硝酸酸银溶液（17 g/L）。

5 稳定剂的选择

氯化银悬浊液不稳定，随着时间的变化会慢慢形成沉淀，导致试液浊度逐渐降低，所以需加入稳定剂使氯化银形成相对稳定的胶体。常用的稳定剂有丙三醇和丙酮等，本方法选择毒性较小的丙三醇做为稳定剂。由于纯的丙三醇粘度大，不易移取，本法选择（1+1）的丙三醇。

按试验方法，其他条件不变，分别移取 2 mL、4 mL标准工作溶液（20ug/mL）于 50 mL容量瓶中，考察丙三醇（1+1）加入量对测定的影响。

表4 丙三醇加入量的选择

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 丙三醇（1+1）体积（mL） | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 吸光度A | 0.8 ug/mL | 0.102 | 0.101 | 0.102 | 0.101 | 0.102 |
| 1.6 ug/mL | 0.202 | 0.203 | 0.203 | 0.202 | 0.204 |

试验结果表明，加入1 mL～5 mL丙三醇（1+1），溶液吸光度稳定。本法选择加入2 mL丙三醇（1+1）。

6 稳定时间的选择

分别移取 2 mL、4 mL标准工作溶液（20ug/mL）于 50 mL容量瓶中，按试验方法操作，其他条件不变，考察稳定时间对测定的影响。

表5 稳定时间的选择

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 稳定时间（min） | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 | 40 | 50 | 60 |
| 吸光度A | 0.8 ug/mL | 0.102 | 0.101 | 0.102 | 0.101 | 0.102 | 0.101 | 0.100 | 0.099 | 0.097 |
| 1.6 ug/mL | 0.202 | 0.203 | 0.203 | 0.202 | 0.204 | 0.202 | 0.200 | 0.196 | 0.194 |

试验结果表明，试液在5min～30min吸光度较为稳定，30 min后吸光度逐渐下降。所以本法选择 5min～30 min内完成测定。

7 共存元素干扰的消除

富锂锰基正极材料中的主要存在元素为Mn、Co、Ni、Li及少量的Cu、Fe、Zn、Al、Ca、Mg、Si、K、Na等元素。各元素可能存在的最大量为：Mn60%、Co20%、Ni20%、Li12%、Cu0.10%、Fe0.10%、Zn0.10%、Al0.10%、Ca0.10%、Mg0.10%、Si0.10%、K0.10%、Na0.10%。少量酸不溶物，过滤除去，不干扰测定。Li及少量的Zn、Al、Ca、Mg、Si、K、Na在溶液中透明无色，也不与硝酸银反应生成沉淀，所以不考虑其干扰。而Mn60%、Co20%、Ni20%、Cu0.10%、Fe0.10%离子在溶液中有颜色，干扰测定。本方法采用一份不加硝酸银的试液做参比来消除试液基体的干扰。

8 工作曲线的绘制

分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL氯标准溶液（20ug/mL）于一组50 mL容量瓶中，按试验方法操作，绘制标准工作曲线。

表6 工作曲线

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 浓度（ug/mL） | 0 | 0.4 | 0.8 | 1.2 | 1.6 | 2.0 |
| 吸光度(A) | 0.002 | 0.052 | 0.102 | 0.152 | 0.205 | 0.254 |



试验表明，氯离子浓度在0～2μg/mL范围内工作曲线线性良好，线性方程y=0.126x+0.001,相关系数R=0.999,满足分析要求。

9 方法精密度

按照试验方法，对收集到的三个氯含量不同的富锂锰基正极材料样品进行11次测定，结果见表7。

表7 精密度试验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果（%） | 平均值（%） | RSD(%) |
| Cl-1# | 0.0490 0.0506 0.0514 0.0513 0.0506 0.0514 0.0507 0.0513 0.0512 0.0498 0.0509 | 0.0507 | 1.49 |
| Cl-2# | 0.0794 0.0833 0.0782 0.0785 0.0794 0.0798 0.0800 0.0802 0.0796 0.0794 0.0789 | 0.0797 | 1.68 |
| Cl-3# | 0.130 0.126 0.120 0.118 0.123 0.120 0.125 0.128 0.131 0.132 0.129 | 0.126 | 3.86 |

由试验结果可知，本方法测定富锂锰基正极材料中0.010%～0.15%含量氯的RSD在1.49%～3.86%之间，满足富锂锰基正极材料中氯的测定。

10 加标回收率

通过计算加标回收率来验证方法的准确度。在富锂锰基正极材料样品中加入不同量的氯，按试验方法进行回收率实验，测定结果见表8。

表8 加标回收实验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 样品质量（g） | 本底值（ug） | 加入量（ug） | 测得量（ug） | 回收率（%） |
| Cl-1# | 0.5025 | 255 | 150 | 403 | 98.7 |
| 0.5077 | 257 | 250 | 510 | 101.2 |
| Cl-2# | 0.2613 | 208 | 100 | 307 | 99.0 |
| 0.2584 | 206 | 200 | 408 | 101.0 |
| Cl-3# | 0.2553 | 322 | 200 | 525 | 101.5 |
| 0.2638 | 332 | 300 | 634 | 100.6 |

由试验结果可知本方法加标回收率在98.7%～101.5%之间，能够满足富锂锰基正极材料中氯的测定要求。

11 结论

由以上结果可以看出,本方法测定富锂锰基正极材料中0.010%～0.15%含量的氯是可行的,测定的RSD在1.49%～3.86%之间，加标回收率在98.7%～101.5%之间。方法操作简便，结果准确度高、精密度好，能够满足富锂锰基正极材料中氯的测定要求。

附件2：数据处理汇总表

各实验室精密度数据

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 验证单位 | 样品编号 | 测定结果%（n=11） | 平均值% | 相对标准偏差% |
| 广东省科学院工业分析检测中心 | Cl-1# | 0.0490 0.0506 0.0514 0.0513 0.0506 0.0514 0.0507 0.0513 0.0512 0.0498 0.0509 | 0.0507 | 1.49 |
| Cl-2# | 0.0794 0.0833 0.0782 0.0785 0.0794 0.0798 0.0800 0.0802 0.0796 0.0794 0.0789 | 0.0797 | 1.68 |
| Cl-3# | 0.130 0.126 0.120 0.118 0.123 0.120 0.125 0.128 0.131 0.132 0.129 | 0.126 | 3.86 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | Cl-1# |  |  |  |
| Cl-2# |  |  |  |
| Cl-3# |  |  |  |
| 北矿检测技术有限公司 | Cl-1# | 0.0485 0.0478 0.0466 0.0501 0.0481 0.0475 0.0471 0.0458 0.0484 0.0497 0.0463 | 0.0478 | 2.81 |
| Cl-2# | 0.0756 0.0795 0.0788 0.0747 0.0765 0.0770 0.0774 0.0784 0.0791 0.0767 0.0754 | 0.0772 | 2.08 |
| Cl-3# | 0.117 0.123 0.120 0.114 0.119 0.121 0.116 0.124 0.118 0.116 0.120 | 0.119 | 2.59 |
| 广东邦普循环科技有限公司 | Cl-1# | 0.0460 0.0463 0.0472 0.0456 0.0459 0.0443 0.0447 0.0469 0.0489 0.0441 0.0448 | 0.0459 | 3.11 |
| Cl-2# | 0.0792 0.0730 0.0736 0.0740 0.0801 0.0746 0.0721 0.0778 0.0729 0.0757 0.0776 | 0.0755 | 3.64 |
| Cl-3# | 0.119 0.117 0.121 0.124 0.123 0.110 0.119 0.123 0.114 0.115 0.111 | 0.118 | 4.12 |
| 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司 | Cl-1# | 0.049 0.050 0.048 0.047 0.046 0.049 0.48 0.049 0.051 0.050 0.048 | 0.049 | 2.95 |
| Cl-2# | 0.080 0.083 0.078 0.076 0.076 0.078 0.077 0.080 0.082 0.079 0.078 | 0.079 | 2.88 |
| Cl-3# | 0.12 0.13 0.12 0.12 0.13 0.12 0.12 0.12 0.13 0.13 0.12 | 0.12 | 4.08 |
| 深圳清华大学研究院 | Cl-1# | 0.0492 0.0508 0.0498 0.0510 0.0530 0.0489 0.0510 0.0521 0.0501 0.0512 0.0536 | 0.0510 | 2.91 |
| Cl-2# | 0.0790 0.0751 0.0799 0.0793 0.0781 0.0758 0.0761 0.0773 0.0781 0.0806 0.0810 | 0.0782 | 2.52 |
| Cl-3# | 0.1253 0.1219 0.1240 0.1190 0.1290 0.1245 0.1261 0.1182 0.1190 0.1233 0.1248  | 0.132 | 2.73 |
| 江西汉尧富锂科技有限公司 | Cl-1# | 0.0509 0.0513 0.0529 0.0520 0.0514 0.0505 0.0530 0.0523 0.0530 | 0.0519 | 1.82 |
| Cl-2# | 0.0821 0.0801 0.0813 0.0792 0.0795 0.0825 0.0822 0.0798 0.0815 | 0.0809 | 1.57 |
| Cl-3# | 0.133 0.126 0.123 0.120 0.124 0.124 0.131 0.126 0.130 | 0.126 | 2.62 |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | Cl-1# | 0.0508 0.0513 0.0505 0.0499 0.0503 0.0511 0.0504 0.0486 0.0500 0.0496 0.0509 | 0.0503 | 1.53 |
| Cl-2# | 0.0799 0.0768 0.0793 0.0797 0.0777 0.0770 0.0803 0.0816 0.0787 0.0788 0.0806 | 0.0791 | 1.90 |
| Cl-3# | 0.125 0.119 0.121 0.122 0.118 0.127 0.119 0.123 0.122 0.124 0.121 | 0.122 | 2.21 |
| 江西理工大学 | Cl-1# | 0.0521 0.0532 0.0528 0.0529 0.0535 0.0520 0.0542 0.0523 0.0531 | 0.0529 | 1.34 |
| Cl-2# | 0.0832 0.0843 0.0833 0.0832 0.0840 0.0841 0.0826 0.0823 0.0821 | 0.0832 | 0.95 |
| Cl-3# | 0.132 0.133 0.133 0.133 0.129 0.129 0.133 0.132 0.132 | 0.132 | 0.91 |
| 广西分析测试研究中心 | Cl-1# | 0.0508 0.0524 0.0534 0.0542 0.0498 0.0514 0.0517 0.0501 0.0497 0.0523 0.0545 | 0.0519 | 3.28 |
| Cl-2# | 0.0795 0.0779 0.0778 0.0793 0.0761 0.0777 0.0775 0.0827 0.0817 0.0781 0.0797 | 0.0789 | 2.45 |
| Cl-3# | 0.139 0.133 0.137 0.129 0.133 0.125 0.128 0.134 0.129 0.126 0.128 | 0.131 | 2.90 |
| 清远佳致新材料研究院有限公司 | Cl-1# | 0.0507 0.0507 0.0523 0.0515 0.0507 0.0499 0.0514 0.0522 0.0499 | 0.0510 | 1.76 |
| Cl-2# | 0.0815 0.0831 0.0823 0.0808 0.0824 0.0800 0.0825 0.0793 0.0809 | 0.0814 | 1.55 |
| Cl-3# | 0.122 0.125 0.125 0.129 0.127 0.127 0.127 0.126 0.125 | 0.126 | 1.58 |
| 天齐锂业股份有限公司 | Cl-1# | 0.0511 0.0518 0.0494 0.0521 0.0493 0.0494 0.0502 0.0499 0.0495 | 0.0503 | 2.17 |
| Cl-2# | 0.0783 0.0808 0.0785 0.0803 0.0794 0.0786 0.0806 0.0793 0.0779 | 0.0793 | 1.34 |
| Cl-3# | 0.127 0.124 0.122 0.129 0.126 0.124 0.123 0.124 0.127 | 0.125 | 1.81 |
| 北京当升材料科技股份有限公司 | Cl-1# | 0.0518 0.0482 0.0496 0.0507 0.0504 0.0500 0.0500 0.0511 0.0496 0.0500 0.0511 | 0.0502 | 1.86 |
| Cl-2# | 0.0800 0.0810 0.0771 0.0803 0.0800 0.0807 0.0778 0.0785 0.0778 0.0817 0.0775 | 0.0793 | 2.03 |
| Cl-3# | 0.126 0.124 0.122 0.128 0.135 0.126 0.123 0.121 0.131 0.131 0.126 | 0.127 | 3.38 |
| 荆门市格林美新材料有限公司 | Cl-1# | 0.0501 0.0513 0.0511 0.0503 0.0511 0.0508 0.0515 | 0.0509 | 1.02 |
| Cl-2# | 0.0798 0.0789 0.0801 0.0815 0.0799 0.0816 0.0815 | 0.0805 | 1.32 |
| Cl-3# | 0.131 0.129 0.135 0.126 0.125 0.129 0.128 | 0.129 | 2.57 |
| 国联汽车动力电池研究院有限责任公司 | Cl-1# | 0.0514 0.0493 0.0479 0.0486 0.0493 0.0493 0.0486 0.0515 0.0507 0.0515 0.0493 | 0.0498 | 2.21 |
| Cl-2# | 0.0814 0.0843 0.0786 0.0786 0.0829 0.0843 0.0829 0.0828 0.0828 0.0815 0.0829 | 0.0821 | 1.83 |
| Cl-3# | 0.120 0.131 0.130 0.124 0.127 0.130 0.131 0.129 0.127 0.123 0.126 | 0.127 | 2.20 |
| 国合通用测试评价认证股份公司 | Cl-1# | 0.0491 0.0502 0.0495 0.0492 0.0504 0.0514 0.0491 0.0511 0.0509 0.0493 0.0509 | 0.0501 | 1.77 |
| Cl-2# | 0.0821 0.0809 0.0816 0.0805 0.0817 0.0804 0.0790 0.0806 0.0804 0.0805 0.0798 | 0.0808 | 1.13 |
| Cl-3# | 0.109 0.112 0.116 0.115 0.113 0.114 0.111 0.112 0.112 0.114 0.110 | 0.113 | 1.88 |