

国家标准
镍锰酸锂电化学性能测试
首次放电比容量及首次充放电效率测试方
法

编
制
说
明

(讨论稿)

广东邦普循环科技有限公司

2022年5月

一、工作简况

1.1 任务来源

根据国家标准化管理委员会《关于下达 2021 年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发〔2021〕12 号）的文件，国家标准《镍锰酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法》由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口，由广东邦普循环科技有限公司牵头起草。该项目计划编号为 20210826-T-610，项目计划完成年限为 2022 年。

标准编制组单位有广东邦普循环科技有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、蜂巢能源科技有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、湖南邦普循环科技有限公司、合肥国轩电池材料有限公司、宁波容百新能源科技股份有限公司、中伟新材料股份有限公司、格林美、北大泰丰先行新能源科技有限公司、广西分析检测研究中心、巴斯夫杉杉电池材料有限公司等单位。

1.2 主要参加单位和工作成员及其所作的工作

1.2.1 起草单位简介

邦普循环，创立于 2005 年，公司现有 6 大生产基地。广东邦普循环科技有限公司作为邦普循环总部，位于广东佛山三水工业园区，总注册资本 13274.06892 万元人民币。具有多个国家级和省级科研平台，如国家和省级的企业技术中心、广东省院士工作站和工程技术研究开发中心、国家地方联合工程研究中心（广东）、省级企业技术中心等，还有 2 个国家标准研制平台。

通过几年的快速发展，邦普已形成“电池循环、载体循环和循环服务”三大产业板块，专业从事数码电池（手机和笔记本电脑等数码电子产品用充电电池）和动力电池（电动汽车用动力电池）回收处理、梯度储能利用；传统报废汽车回收拆解、关键零部件再制造；以及高端电池材料和汽车功能瓶颈材料的工业生产、商业化循环服务解决方案的提供。

邦普是国内同时拥有电池回收和汽车回收双料资质的资源综合利用企业。邦普围绕电池和汽车回收产业，邦普作为广东省创新型试点企业和战略性新兴产业骨干培育企业，已全面投入电动汽车全产业链循环服务解决方案的研究，以静脉回收推动动脉制造产业升级，为国家循环经济和低碳经济多做贡献。

1.2.2 主要参编单位情况

标准主编单位广东邦普循环科技有限公司在标准预研过程中,积极主动收集国内外锂离子电池正极材料电化学性能的测试方法,对比分析,结合检测中心的测试方法,选择扣式半电池和扣式全电池法测定镍锰酸锂的首次放电比容量及首次充放电效率,并予以立项申报。标准立项后,积极召集行业内相关单位参与标准的制定工作。标准编制过程中,从公司技术中心及其他供样单位收集样品,从检测中心召集经验丰富的电化学分析测试工程师、取制样技术员,对本标准进行充分的试验论证,并编制标准文本、试验报告及标准编制说明。

一验单位蜂巢能源科技有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、巴斯夫杉杉电池材料有限公司等负责对试验报告中的工艺参数进行验证,提供样品和一验报告。

二验单位天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、湖南邦普循环科技有限公司、合肥国轩电池材料有限公司、宁波容百新能源科技股份有限公司、中伟新材料股份有限公司、格林美、北大泰丰先行新能源科技有限公司、广西分析检测研究中心对试验报告中的条件试验进行验证工作,提供二验报告。

牵头起草单位广东邦普循环科技有限公司作为邦普循环总部,具有多个国家级和省级科研平台,如国家和省级的企业技术中心、广东省院士工作站和工程技术研究开发中心、国家地方联合工程研究中心(广东)、省级企业技术中心等,还有2个国家标准研制平台。邦普已形成“电池循环、载体循环和循环服务”三大产业板块,专业从事数码电池和动力电池回收处理、梯度储能利用;传统报废汽车回收拆解、关键零部件再制造;以及为高端电池材料和汽车功能瓶颈材料的工业生产、商业化循环服务解决方案的提供。

1.2.3 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及其工作职责见表1。

表1 主要起草人及工作职责

起草人	工作职责
	负责开展试验论证,标准文本、标准编制说明的撰写,意见汇总处理,参加标准讨论和审定会议
	负责对试验报告进行验证,对标准技术进行审核,参加标准工作会议等

1.3 主要工作过程

1.3.1 立项阶段

2021年4月30日，国家标准化管理委员会下达2021年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知（国标委发〔2021〕12号），国家标准《镍锰酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法》立项成功。

1.3.2 起草阶段

2021年7月，全国有色金属标准化技术委员会在内蒙古呼和浩特组织召开了有色标准工作会议，来自广东邦普循环科技有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、蜂巢能源科技有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、合肥国轩电池材料有限公司、宁波容百新能源科技股份有限公司、中伟新材料股份有限公司、格林美、北大泰丰先行新能源科技有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、广西分析检测研究中心等单位参加了会议，会议对《镍锰酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法》进行了任务落实。

2021年8月至2022年4月，广东邦普循环科技有限公司接收任务后，成立了标准编制工作组，主要由电化学分析检测工作人员组成，根据产品的性质，结合扣式半电池和扣式全电池制作方法以及试验结果，形成了标准讨论稿。

2022年5月10日，全国有色金属标准化技术委员会组织召开了行业标准《镍锰酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法》的线上讨论会，来自广东邦普循环科技有限公司、xxx等单位的xx位专家对《镍锰酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法》的标准讨论稿和编制说明进行了仔细、认真的讨论，并提出了修改意见和建议。

2022年5月~2022年6月，本编制组将修改后标准讨论稿、试验报告连同样品统一寄给各验证单位，开展验证试验。

二、 标准编制原则

1、本标准按 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》要求编写。

2、本标准的试验方法是根据镍锰酸锂的检测现状和要求，既能满足检测材料电化学性能的要求，又能简洁易行，对电池的前期制作环境要求不高，可操作性强。

3、本标准既能满足镍锰酸锂电池实际生产和使用的要求，又遵从创新发展的原则。

三、确定标准主要内容的依据

3.1 试验方法的确定

扣式半电池法已广泛应用于锂离子电池正极材料的电化学性能测试，如 GB/T 23365 - 2009 《钴酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法》、GB/T 39864-2021 《锰酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法》、GB/T 37201 - 2018 《镍钴锰酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法》。对于首次放电比容量及首次充放电效率性能的测试结果准确、可靠，且方法简单，测试周期短。

本标准中引入扣式全电池法，据调查，国内已有多家企业使用扣式全电池法测锂离子电池正极材料的电化学性能，该方法可更加真实反映正极材料的电化学性能，评估正负极之间的相互影响。目前该方法的标准缺失，亟需统一和规范，且值得推广。

3.2 标准范围的确定

本标准规定了锂离子电池正极材料镍锰酸锂的首次放电比容量及首次充放电效率测试方法。

本标准适用于锂离子电池正极材料镍锰酸锂首次放电比容量及首次充放电效率的测试。

3.3 试剂和原料的确定

本测试方法采用制备扣式半电池法和扣式全电池法来检测镍锰酸锂的电化学性能，扣式半电池主要由以下几部件组成：负极壳、泡沫镍片、金属锂片、隔膜、电解液、正极极片、正极壳。扣式全电池主要由以下几部分组成：负极壳、弹片、垫片、负极极片、隔膜、电解液、正极极片、正极壳。

常用的扣式电池壳为 CR2016、CR2025、CR2032、CR2430 等，C 代表纽扣式模拟电池，R 代表电池外形为圆形。前两位数字为直径(单位 mm)，后两位数字为厚度(单位 0.1 mm)，取两者的接近数字。例如 CR2032 的大略尺寸为直径 20 mm，厚度 3.2 mm。

本章节规定了本文件扣式半电池和扣式全电池需要用到的各种试剂和原料清单，所列试剂和原料按照其在本文出现的先后顺序罗列。对于试剂和原料主要给出了潜在影响实际试验效果的关键参数要求，对于已经商品化的标准结构件不再阐述各个部件的具体参数，对于需要进一步加工的原料或试剂已在 6.1.1 和 6.2.1 预处理章节中。

3.4 仪器和设备的确定

本章规定了本文件扣式半电池和扣式全电池需要用到的各种仪器和设备清单，惰性气体手套箱用于电池的制作，扣式电池封装机用于电池的封装，锂离子电池电化学性能测试仪用于电池的测试。

3.5 试验步骤的确定

规定了本文件中扣式半电池和扣式全电池的制备及测试要求，是本文件的核心章节，按照扣式半电池和扣式全电池两种不同测试方法将本章分成两小节，每节按照操作流程顺序的方式进行编排，重点关注试验步骤的科学性、规范性、可操作性，对于可能引起重大分歧不宜给出特别具体的参数要求的步骤条款，本章节给出了合理的范围并规定操作过程。

在6.1.5电池测试一节，引入了恒流充放电电流计算方法，以科学并合乎实际要求的方式引入了材料的理论比容量作为充放电电流设置的输入参数；在充、放电制度的设置上，通过科学系统的试验并结合镍锰酸锂材料的特性，采用了倍率0.1 C测试制度，充电截止电压为4.95V，增加恒压充电工序，将放电截止电压规定到3.0 V。

在6.2.4和6.2.5章节给出了扣式全电池中负极片的制作步骤，要求负极活性物质的理论容量应大于正极活性物质的理论容量，负极片直径应大于正极片直径。

在6.2.7电池测试一节中，给出了电池化成和定容的流程，测试前使电池静置3h以上，以电流0.02 C充电至3.4 V，再以电流0.1 C充电至3.75 V；以电流0.333 C充电至4.95 V，转恒压充电，截止电流0.05 C；静置10min以上，以电流0.333 C放电至3.0 V；再静置10min以上，以电流0.05 C放电至3.0 V。

3.6 试验数据处理的确定

给出了首次放电比容量（7.1）和首次充放电效率（7.2）的计算公式，单位要求及计算的精度要求。

3.7 检测报告的确定

规定了报告所包含的必备要求内容，包括样品名称及批次、检测结果、检测日期、本文件中没有规定的各种操作、可能影响检测结果的情况和本文件的编号。

3.8 起草单位广东邦普循环科技有限公司试验方案

3.8.1 试样的物性指标

本文件选取的镍锰酸锂样品的主要物性指标如下表所示：

表2 本实验所用镍锰酸锂样品的主要物性指标

样品提供单位	中位径 D ₅₀ (μm)	振实密度 (g/cm^3)	比表面积 BET (m^2/g)
I	3.40	2.90	1.03
II	5.61	1.80	0.94
III	-	-	-

3.8.2 本测试方法标准的工艺参数

本标准中的扣式半电池法涉及 3 个不同的镍锰酸锂正极配比，并对固含量的范围进行验证。扣式半电池工艺参数见表 3：

表 3 扣式半电池配比表

配方	正极:导电剂:PVDF	固含量 (%)
a	90%: 5%: 5%	40
b	93%: 3.5%: 3.5%	
c	96%: 2%: 2%	
d	93%: 3.5%: 3.5%	30
e		50

本标准中的扣式全电池法涉及 3 个不同的镍锰酸锂正极配比和 3 个不同的石墨负极配比，并对固含量的范围进行验证。扣式全电池工艺参数见表 4：

表 4 扣式全电池配比表

配方	正极:SP:PVDF	负极:SP: CMC: SBR	固含量 (%)
A	90%: 5%: 5%	94.5%: 1.5%: 1.5%: 2.5%	40
B	93%: 3.5%: 3.5%		
C	96%: 2%: 2%		
D	93%: 3.5%: 3.5%	90%: 3%: 3%: 4%	30
E		96%: 1%: 1%: 2%	
F	93%: 3.5%: 3.5%	94.5%: 1.5%: 1.5%: 2.5%	30
G			50

3.8.3 本测试方法标准的可靠性验证

针对本标准测试方法验证工作，广东邦普循环科技有限公司共准备3种不同厂家样品，

于5月发送至各验证单位，并将各参与单位分组进行不同正极配比下扣式电池首次放电比容量及首次充放电效率测试方法的验证工作，验证电池制备过程中本文件各主要工艺参数的合理性，以及测试方法的重复性和再现性。

扣式半电池工艺参数验证表见表 5 和表 6：

表 5 扣式半电池工艺参数表

正极 制作 参数	试样	配方 (正极:SP:PVDF)	电池壳型号	活性物质质量 g	极片涂层厚度 μm	压实密度 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$

表 6 扣式半电池性能测试表

配方											
测试日期	2022 年 X 月 XX 日~XX 日										
测试项目/电池编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
首次放电比容量($\text{mA}\cdot\text{h/g}$)											
首次充电比容量($\text{mA}\cdot\text{h/g}$)											
首次充放电效率 (%)											

扣式全电池工艺参数验证表见表 7 和表 8：

表 7 扣式全电池工艺参数表

试样	配方 (负极:导电剂:CMC:SBR)			电池壳型号
	活性物质质量 g		极片涂层厚度 μm	
正极制作 参数				
	活性物质质量 g		极片涂层厚度 μm	压实密度 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
负极制作 参数				

表 8 扣式全电池性能测试表

配方	
测试日期	2022 年 X 月 XX 日~XX 日

测试项目/电池编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
首次放电比容量 (mAh/g)											
首次充电比容量 (mAh/g)											
首次充放电效率 (%)											

四、预期达到的社会效益等情况

4.1 标准制定的必要性

4.1.1 行业需求

在锂离子电池工业化推广中，对电池容量、安全性、综合成本的要求较高，正极材料成为阻碍其发展的主要瓶颈。目前广泛应用的正极材料主要有以下几种：镍钴锰酸锂、镍钴铝酸锂、磷酸铁锂、钴酸锂、锰酸锂等，其中钴酸锂材料价格较贵且存在严重的安全隐患，锰酸锂材料的充放电性能和循环性能较差，使得这两种正极材料的应用受到很大的限制；磷酸铁锂因其能量密度低不能满足高能量密度的发展需求，也逐渐被能量密度高的三元正极材料——镍钴锰酸锂和镍钴铝酸锂所代替。相对其他正极材料，三元正极材料具有能量密度高和循环性能优异的优点，是目前量产的正极材料中潜力最大最优发展前景的一种。镍锰酸锂是在锰酸锂的基础上改进的正极材料，与锰酸锂相比，其在高温循环下的稳定性大大提高。此外，镍锰酸锂还具有输出电压高、成本低、环境友好的优点，是一种具有诱人前景的锂离子电池正极材料。

据 SMM 上海有色金属网钴锂新能源公布，2021 年中国锰酸锂产量总计 8.74 万吨，同比上涨 25%，近年来，不少锰酸锂企业大幅扩产，锰酸锂材料供应量水涨船高。按照镍锰酸锂与锰酸锂的产能比约为 20% 计算，2021 年镍锰酸锂的产能约为 2.54 万吨。目前镍锰酸锂的生产还存在较高的技术壁垒，虽然生产原料成本较含钴正极材料低，但是技术和设备投资偏高，每吨价格约为 15 万元。随着新能源汽车和电子产品对上游行业高能量比正极材料需求量的增长，使得镍锰酸锂在锂电池材料市场中已经占据了一席之地。对于供应商而言，测试方法是其实现产品质量控制必不可少的工具；对于采购商而言，测试方法是对货物质量进行检验的基础。为了避免因测试方法不同导致对产品质量发生纠纷，减少贸易摩擦，必须制

定统一、规范的镍锰酸锂电化学性能测试方法标准。

4.1.2 产品标准无配套电化学性能测试方法标准

产品标准 GB/T 37202《镍锰酸锂》已于 2018 年发布，该标准对产品的电化学性能进行了规定。镍锰酸锂的首次放电比容量、首次充放电效率、循环寿命等性能直接影响镍锰酸锂产品的用途，也对下游电池企业的产品性能具有影响。但目前该产品还无配套的电化学性能测试方法标准，基于市场中供应商、客户的需求，获得准确、客观的材料性能参数，必须对镍锰酸锂的电化学性能测试方法进行规范和统一。只有在统一测试方法的前提下才能获得具有可比性的测试结果，只有基于科学有效的数据才能作出工艺、配方改进等技术创新以及原料选择等生产管理决策。

4.2 标准预期产生的经济效益和社会效益

镍锰酸锂是具有高于 4.4V 放电平台的正极材料，是一种理想的下一代商用电池材料，比传统的磷酸铁锂的能量密度高出 20%~30%，且缓解了正极材料对钴资源的依赖，降低原料的使用成本。本标准的制定规范了镍锰酸锂产品的电化学性能的检测方法，完善了锂离子电池正极材料镍锰酸锂配套的电化学性能分析方法标准。使得镍锰酸锂生产企业、使用企业及第三方检测机构有标准可依，减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷。本标准的制定落实了国家的政策要求，促进锂离子电池正极材料行业发展和电动汽车在国内市场的普及，为绿色低碳事业做贡献。

五、采用国际标准和国外先进标准的情况

5.1 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。

5.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经查，国外无相同类型的标准。

5.3 与现有标准及制定中标准协调配套的情况

经查，标准与现有标准及制定中的标准无重复交叉情况。

六、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧。

八、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议作为推荐性行业标准。

九、贯彻标准的要求和措施建议

由于本标准反映了镍锰酸锂电化学性能的具体测试方法及其可靠性，因此可积极向厂家及国内外用户推荐采用本标准。

十、废止现行有关标准的建议

无。

十一、其他应予说明的事项

无。

《镍锰酸锂电化学性能测试
首次放电比容量及首次充放电效率测试方法》标准编制组

二〇二二年五月