

磷酸铁锂电化学性能测试
首次放电比容量及首次充放电效率
测试方法

编制说明

(审定稿)

磷酸铁锂电化学性能测试

首次放电比容量及首次充放电效率测试方法

国家标准编制说明（审定稿）

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 2020 年第二批推荐性国家标准计划的通知》（国标委发〔2020〕37 号）的文件精神，国家标准《磷酸铁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负责归口，由西安泰金工业电化学技术有限公司和西北有色金属研究院牵头起草。该项目计划编号为 20202915-T-610，项目计划完成时间为 2022 年 3 月。

1.2 本标准涉及产品及市场介绍

2018 年 12 月，国家发展和改革委员会发布《汽车产业投资管理规定》，对新建车用动力电池单体/系统企业投资项目条件作出调整：取消“能型车用动力电池单体比能量应不低于 300Wh/kg，系统比能量应不低于 220Wh/kg”要求，突出电池安全性。2019 年 3 月，财政部、工业和信息化部、科技部、发展改革委等四部委联合发布了《关于进一步完善新能源汽车推广应用财政补贴政策的通知》，落实了 2019 年新能源汽车补贴政策，成本成为新能源产业链关注的焦点。2020 年年国内动力电池装车量累计 63.6 GWh，其中磷酸铁锂装车量累计 24.4 GWh，占总装机量约四成，同比累增 20.6%，成为驱动装机量整体增长的主要产品。2021 年 3 月 8 日，据中国汽车动力电池产业创新联盟发布的数据，工信部发布了 2021 年第 2 批《新能源汽车推广应用推荐车型目录》，共有 136 款新能源汽车上榜，其中磷酸铁锂配套车型 98 款，占比 72.1%。近两年来，成本和安全优势是助推磷酸铁锂上量的关键因素。

根据国家发改委 2019 年印发的《2019-2020 年储能行动计划》，十四五期间，储能要实现商业化初期向规模化发展转变。从电池类型上来讲，寿命更长、更安全的磷酸铁锂电池应用于储能比较适合，且技术十分成熟。近两年来，随着 5G 上马新基建，国家几大电信运营商加快推动 5G 基站储能的建设，契合 5G 基站

需求的磷酸铁锂电池需求大幅激增，磷酸铁锂电池迎来广阔前景。

商品化的磷酸铁锂，化学式为 LiFePO_4 ，具有橄榄石型结构。从磷酸铁锂材料的合成方法上看，主要有高温固相法和液相法两种。从磷酸铁锂材料的粒径上看，主要有纳米级和微米级两种。从磷酸铁锂电池上看，主要有动力型和容量型电池两种。磷酸铁锂电池因具有安全性能好、循环寿命长、材料成本低、环境友好等优点而备受青睐。

国内，磷酸铁锂材料产量主要被德方纳米、湖南裕能、国轩高科、贝特瑞、湖北万润、比亚迪、重庆特瑞、北大先行、安达科技等几家企业垄断，其中前五家企业产量合计占 2020 年中国磷酸铁锂材料产量的 76%，较 2019 年前五家企业的产量合计占比提升 13%，磷酸铁锂材料企业产量集中度进一步提升。磷酸铁锂电池主要用于 3C 数码、电动工具、电动自行车、电动汽车及储能等领域，主要使用客户为国内一些电池制造厂家，包括宁德时代、比亚迪、合肥国轩高科、惠州亿纬锂能、瑞浦能源、广州鹏辉、天津力神、中航锂电、万向一二三等企业，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。

据中国电池工业协会大数据中心统计，2020 年磷酸铁锂材料出货量约为 14.3 万吨，同比增长 60.7%，预计 2021 年和 2022 年出货量分别可达 24 万吨和 34 万吨。考虑到未来全球动力电池与储能电池需求，2025 年全球磷酸铁锂材料需求预计可达 98 万吨，对应市场规模约为 280 亿元。2020 年至 2025 年磷酸铁锂材料的年均复合增长率可达 43%，市场需求庞大。

1.3 承担单位情况

西安泰金工业电化学技术有限公司是国内生产钛阳极产品、锂电池用金属玻璃封接产品、锂离子电池材料及辅料、电解成套装置与设备的企业。公司成立于 2000 年，现坐落于西安经济技术开发区泾渭工业园内，公司生产建筑面积达 17880 平方米，注册资本 8000 万元人民币，公司现分五个职能部门、一个研发中心、两个事业部，拥有职工 260 余人，其中本科及以上学历者 67 名。公司以西北有色金属研究院为依托，专注于高科技附加值产品的开发和生产，同时在理论研究及应用研究方面开设了多项课题；其中《电活性钛阳极》在荣获陕西省科学技术成果二等奖、《液体导电涂层电极研制》荣获中国有色金属工业总公司三等奖，锂电池封接用特种玻璃被列入国家新材料高新产品目录，该研制项目荣获中国有色金属工业科学技术二等奖和陕西省有色金属管理局科技进步二等奖，并

顺利通过了 ISO9001 质量体系认证。公司成功地将研究技术及其成果转化为产品，所研制的产品均已投入批量生产，为电化学工业中的很多领域提供了性能优异的锂离子电池材料及辅料、金属钛涂层阳极和金属玻璃封产品，大量产品已先后出口至韩国、英国、西班牙、中东等多个国家和地区，深受各方用户好评。

西北有色金属研究院是我国重要的稀有金属材料研究基地和行业技术开发中心、是国内军用稀有金属科研生产基地、稀有金属材料加工国家工程研究中心、金属多孔材料国家重点实验室、超导材料制备国家工程实验室、中国有色金属工业西北质量监督检验中心，层状金属复合材料国家地方联合工程研究中心等的依托单位，地处西安、宝鸡两地五区。研究院现有资产总值 133 亿元，仪器设备 5000 多台套，占地 3600 余亩，职工近 5000 人，其中科技人员千余人，有中国工程院院士 2 人，教授、高工 481 人，博士、硕士 1143 余名，2020 年全院综合收入 147.07 亿元。

西北有色金属研究院经过 50 多年的发展，已成为一个由具有较强综合科技实力的国家级重点研究院、工程研究中心和若干产业化公司组成的大型科技集团，形成了基础研究、工程化和产业化“三位一体”的发展模式。已经建成了一批在国际上有相当影响的材料研究领域，组建了 14 个研究所及中心，建设了 48 个国家和省级研究中心及平台，共获得 1200 余项科研成果奖和 1700 余项专有与专利技术。同时，研究院加强成果转化及工程化工作，积极推进科技产业化进程，开发试制新产品 10000 多项，发起组建 38 个高新技术企业，形成了国内最大的稀有金属新材料科研、生产基地。近年来，先后荣获“全国五一劳动奖状”、“全国先进基层党组织”、“国家科技计划执行优秀团队”、“国家工程中心重大成就奖”和“全国模范劳动关系和谐企业”等殊荣。

1.4 主要参加单位和工作组成员及其工作

本文件起草单位有：西安泰金工业电化学技术有限公司、西北有色金属研究院、深圳市德方纳米科技股份有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、蜂巢能源科技有限公司、西安亚弘泰新能源科技有限公司、广东邦普循环科技有限公司、贵州中伟兴阳储能科技有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、深圳清华大学研究院、万华化学集团股份有限公司、湖南长远锂科股份有限公司和国联汽

车动力电池研究院有限责任公司等。

其中西安泰金工业电化学技术有限公司和西北有色金属研究院负责统一样品的收集和分发,分析方法的实验研究,样品测试结果的收集和处理,标准文本、试验报告和编制说明的撰写。深圳市德方纳米科技股份有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、天津国安盟固立新材料科技股份有限公司、蜂巢能源科技有限公司为一验单位,负责对试验报告中的样品制备参数和测试条件进行验证,提供测试数据,并对标准文本提出修改意见。西安亚弘泰新能源科技有限公司、广东邦普循环科技有限公司、贵州中伟兴阳储能科技有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、深圳清华大学研究院、万华化学集团股份有限公司、湖南长远锂科股份有限公司和国联汽车动力电池研究院有限责任公司为二验单位,负责提供测试数据,并对标准文本提出修改意见。

本文件主要起草人有:冯庆,吴怡芳,贾波,孙言,陈燕玉,胡淑婉,张勤才,周青宝,凌仕刚,刘月园,刘远见,戴海桃,唐红辉,闫硕,涂勇,王玉娇,黄小燕,程小雪,陈建军,田勇,李心雨,刘玮,沈雪玲。

各起草人在本文件编制过程中的工作职责见表 1 所示:

表 1 各起草人及其工作职责

起草人姓名	工作职责
冯庆、吴怡芳、贾波	样品收集、起草试验研究,数据处理;标准文本、试验报告和编制说明的撰写。
孙言、陈燕玉、胡淑婉、张勤才、周青宝、凌仕刚、刘月园、	试验方案和试验条件的验证;提供首次放电比容量及首次充放电效率测试数据;对标准文本提出修改意见
刘远见、戴海桃、唐红辉、刘远见、闫硕、涂勇、王玉娇、黄小燕、程小雪、陈建军、田勇、李心雨、刘玮、沈雪玲	提供首次放电比容量及首次充放电效率测试数据;对标准文本提出修改意见

1.5 主要工作过程

1.5.1 起草阶段

西安泰金工业电化学技术有限公司和西北有色金属研究院接到《磷酸铁锂电化学性能测试-首次放电比容量及首次充放电效率测试方法》的制订任务后,立即组织相关技术人员成立了标准编制组,明确了成员的任务,制定了工作计划和进度安排。标准编制组对国际和国外标准进行了查新,收集、分析,研究了相关资料,对该检测方法进行了多次验证实验,在此基础上,于 2021 年 4 月形

成了标准的草稿。随后标准编制组对磷酸铁锂电化学性能测试-首次放电比容量及首次充放电效率测试方法进行了充分讨论和分析，对草稿进行了修改和完善，于 2021 年 5 月形成了标准的征求意见稿和编制说明。

1.5.2 征求意见阶段

2021 年 5 月 26 日~28 日，全国有色金属标准化技术委员会组织在杭州市召开本标准的讨论会。来自全国有色金属标准化委员会粉末冶金分技术委员会、合肥国轩高科动力能源有限公司、深圳市德方纳米科技股份有限公司、天津国安盟固立新材料科技股份有限公司、蜂巢能源科技有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、广东邦普循环科技有限公司、中伟新材料股份有限公司、国联汽车动力电池研究院有限责任公司、深圳清华大学研究院、万华化学集团股份有限公司等 12 家单位的 15 位专家代表参加了会议。与会代表对本标准的征求意见稿和编制说明进行了认真、细致的讨论，提出了修改意见和建议。同时，全国有色金属标准化技术委员会组通过发函、在中国有色金属标准质量信息网上公开等形式对《磷酸铁锂电化学性能测试-首次放电比容量及首次充放电效率测试方法》标准征求意见稿进行意见征询，并将征求意见资料在 www.cnsmq.com 网站上挂网，征求意见大于 2 个月。标准组根据讨论的意见对标准进行修改，形成了标准意见汇总处理表和预审稿。

2021 年 12 月 6 日~9 日，全国有色金属标准化技术委员会组织在云南省昆明市召开本标准的预审会，来自全国有色金属标准化委员会粉末冶金分技术委员会、天津国安盟固立新材料科技股份有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、广东邦普循环科技有限公司、西北有色金属研究院等 22 家单位 30 位专家代表参加了会议。与会代表对本标准预审稿进行了充分、细致的讨论，主要提出了如下意见和建议：

- 1) 增加正极材料配比为 90:5:5 的工艺参数验证；
- 2) 标准编制说明中精密度实验的重复性限应小于再现性限；

同时，全国有色金属标准化技术委员会通过工作群、邮件向委员单位征求意见，并将征求意见资料在 www.cnsmq.com 网站上挂网。征求意见单位包括主要生产、经销、使用、科研、检验等单位及大专院校，征求意见单位广泛且具有代表性，征求意见大于 2 个月。

2022 年 2 月 15 日，标准编制组队收集到的意见进行整理，形成了标准征求

意见稿意见汇总处理表。标准编制组对征求意见稿进行修改，形成标准送审稿。

1.5.3 审查阶段

2022年5月，审定。

1.5.4 报批阶段

2022年6月~8月。

二、标准的编制原则、标准的主要内容与论据

2.1 标准编制原则

1) 符合性

a) 以满足国内磷酸铁锂的实际生产、使用需要为原则，提高标准的适用性。

b) 完全按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

2) 先进性

国家发展改革委《产业结构调整指导目录(2019年本)》中鼓励发展锂离子电池用三元和多元、磷酸铁锂等正极材料、中间相炭微球和硅碳等负极材料、单层与三层复合锂离子电池隔膜、氟代碳酸乙烯酯(FEC)等电解质与添加剂。

本标准的制定符合国家政策法规、导向，符合目前国内磷酸铁锂的生产和用户需求情况。本标准规定的内容遵循充分满足市场要求原则、指导生产的原则。通过标准的实施，提高磷酸铁锂的生产技术水平，促进相关技术的进步，为国内相关产业提供技术指导，满足用户的需求，促进锂离子电池正极材料行业的不断发展。

2.2 标准制定的主要内容与论据

2.2.1 标准主要内容的依据

YS/T 1027-2015《磷酸铁锂》行业标准于2015年4月30日发布，2015年10月1日实施，该文件规定了磷酸铁锂产品的基本要求，该文件中的4.6.1和4.6.2条款针对磷酸铁锂产品分别提出了比容量及充放电效率的技术指标要求；文件中的5.6.1和5.6.2条款针对磷酸铁锂比容量及充放电效率的技术指标要求提出了试验方法，该条款规定了磷酸铁锂首次放电比容量、首次充放电效率按GB/T 23365的规定进行测试。相较于标准GB/T 23365-2009，本文件的测试方法针对磷酸铁锂电池材料自身的特点，科学地引入了标准电流密度设计，恒流充、放电截止电压以及恒压充电截止电流等几个重要参数。

一方面，磷酸铁锂有别于其它正极材料，如钴酸锂、锰酸锂、三元材料等；磷酸铁锂由于其本征的导电性较差，在高配比（例如磷酸铁锂在正极材料的配比高达 97%）时不容易混匀，因此磷酸铁锂扣电不仅需要测试其在低倍率下（如 0.1 C）的性能，还需要测试其在较高倍率下（如 1 C）的性能。另外，由于磷酸铁锂自身结构的稳定性，放电截止电压可以达到 2.0 V，而标准 GB/T 23365-2009 规定的放电截止电压 2.75 V 不足以反应磷酸铁锂的特性。

另一方面，长期以来，各企业在测试材料克容量时对电流密度的选取存在不同的理解和争议，而标准 GB/T 18287-2013 移动电话用锂离子蓄电池及蓄电池组总规范也没有对这一问题做出很好的定义和规范，鉴于磷酸铁锂材料的特殊性，本标准科学的引入了基于理论比容量和实际活性物质、有效面积及设定倍率等参数，设计了测试电流密度，而非随机选取电流密度这一关键参数，从而进一步提升了该标准的适用性及可理解性。

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》标准发布于 2009 年 3 月 19 日，于 2010 年 1 月 1 日正式实施。一方面该标准主要配套 GB/T 20252《钴酸锂》，用于钴酸锂首次放电比容量及首次充放电效率的测试，标准 GB/T 23365 第 1 章范围界定了“本标准适用于锂离子蓄电池正极材料钴酸锂”，未对其它锂离子电池正极材料的电化学性能测试给出引导性或者建议性的阐述。另外，磷酸铁锂和钴酸锂材料在理化指标及电化学特性等方面均存在显著的差异，测试标准的通用性有待提升；另一方面，GB/T 23365-2009 标准发布实施已 10 年有余，随着电池材料技术的进步及 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的实施，标准 GB/T 23365-2009 中部分技术要素的编排及规范性技术要素中具体试验步骤用于磷酸铁锂首次放电比容量及首次充放电效率测试的实际可操作性有待完善。

有鉴于此，本文件结合磷酸铁锂材料的本征特性制定了适用于磷酸铁锂电化学性能测试“首次放电比容量”及“首次充放电效率”测试方法标准。

2.2.2 标准主要内容的说明

本文件正文部分共分为 9 章，其中第 1、2、3 章为规范性一般要素，包括范围、规范性引用文件、术语和定义，第 4、5、6、7、8、9 章为规范性技术要素。第 1 章范围：本文件规定了锂离子电池正极材料磷酸铁锂的首次放电比容量及首次充放电效率测试方法，适用于锂离子电池正极材料磷酸铁锂首次放电比容量及首次充放电效率的测试。

第 2、3 章分别为规范性引用文件、术语和定义；和 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》相比较，在无“规范性引用文件”和“术语和定义”的前提下，按照最新修订的 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的要求，保留了相关章节。

第 4 章 试验条件，规定了本文件中第 7 章试验步骤章节的环境条件要求，避免了在试验步骤章节反复阐述各个试验步骤的共性条件要求，使文件的结构更加简洁，逻辑上更为清晰合理。

第 5 章 试剂或材料，规定了本文件第 7 章试验步骤章节需要用到的各种原料或试剂清单，所述试剂或材料按照其在本文件中出现的先后顺序列出，便于前后检索对照。对于试剂或材料只给出了潜在影响实际试验效果的关键参数的要求，对于可商品化采购的标准件，不再阐述各个部件的具体细节及参数，对于需要经加工或预处理后方可使用的原料或试剂，相关操作均放在第 7 章 7.1 试剂或材料预处理小节，使文件的章标题与其内容更加契合。

第 6 章 仪器设备，规定了本文件第 7 章试验步骤章节需要用到的各种仪器设备清单，所述试剂或材料按照其在本文件中出现的先后顺序列出，便于前后对照。本章中只规定和列出了潜在影响实际试验效果的关键必备设备及其具体参数的要求，对于试验台、口罩、手套等与试验开展相关且必须的共性要求，不在本章及第 5 章列出。

第 7 章 试验步骤，规定了本文件中试验电池的制备及测试要求，是本文件中核心章节，本章节按照时间序和操作程序的方式进行编排，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，本章节以给出范围和规定过程要求进行处理。在 7.4 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结合磷酸铁锂材料的本征材料特性，采用了较低倍率 0.1 C 和较高倍率 1 C 下两种测试制度，不同倍率下充电截止电压分别采用 4.0 V 和 4.3 V，增加了恒压充电工序，并将放电截止电压规定 2.0 V。在 7.5 数据记录一节，记录了第 8 章试验数据处理章节需要用到必备数据及第七章试验步骤章节实验过程中涉及到的需要保留记录的试验数据。

第 8 章 试验数据处理，给出了首次放电比容量(8.1)和首次充放电效率(8.2)

的计算公式，单位要求及计算的精度要求。

第 9 章 试验报告，规定了报告所包含的必备要求内容，包括样品名称、批次、试验结果、试验日期、本文件没有规定的各种操作、可能影响试验结果的情况及本文件的编号。

三、主要试验（或验证）情况分析

3.1 试样的选择与影响

磷酸铁锂产品按照不同的特性参数有很多分类方法，如可以按照粒度、比表面积、形貌、振实密度、容量、循环寿命等参数进行分类，不同特性参数的产品适用于不同的领域。譬如以粒度参数为分类指标，通常中位径 D50 较小的磷酸铁锂产品多用于电容器或有高功率需求领域，中等粒度的磷酸铁锂产品主要用于小动力、数码及电动自行车，大颗粒或者级配产品主要用于有高密度能量需求的领域，如电动汽车、储能等。

本文件选取的磷酸铁锂样品的主要物性指标如下表 1 所示：

表 1 本文件试验用磷酸铁锂样品的主要物性指标

样品提供单位	碳含量 (%)	中位径 D ₅₀ (μm)	振实密度 (g/cm^3)	比表面积 BET (m^2/g)
a	1.75	0.56	1.04	11.80
b	1.22	0.90	0.70	14.41
c	1.64	1.18	1.11	12.48
d	1.42	0.90	0.70	14.00
e	1.10	1.09	0.89	10.35

3.2 主要指标测试方法的选择

针对磷酸铁锂“首次放电比容量”及“首次充放电效率”性能指标，本试验主要基于预审稿中所述测试方法的内容进行。对试验条件（第 4 章）、试剂或材料（第 5 章）、仪器设备（第 6 章）、试验步骤（第 7 章）、试验数据处理（第 8 章）及试验报告（第 9 章）要求进行了规定。关于测试方法全文及关键参数、关键步骤、关键试剂或材料的选取和使用细节及解读，见标准文件正文第 4、5、6、7、8、9 章和本编制说明文件的 2.2.2（标准主要内容的说明）小节。

3.3 本测试方法适用范围说明

本文件规定了锂离子电池正极材料磷酸铁锂的首次放电比容量及首次充放

电效率测试方法。本文件适用于锂离子电池正极材料磷酸铁锂首次放电比容量及首次充放电效率的测试。

由于不同的正极材料，其理化指标及电化学特性存在显著差异，目前尚没有一种测试方法可以涵盖所有正极材料的电化学性能指标检测及测试要求。本标准中不少规范性技术要素的选取（主要集中在标准文件第7章）主要针对磷酸铁锂产品的特有特性而设置，如7.2.4 正极片的制备小节第二段中“按压实密度 $2.1\text{g}/\text{cm}^3 \sim 2.7\text{g}/\text{cm}^3$ 计算……”、7.4 电池测试小节“充电限制电压：0.1 C倍率下，恒流恒压充电至4.0 V，恒压充电截止电流0.05 C；1 C倍率下，恒流恒压充电至4.3 V，恒压充电截止电流0.05 C”，“放电终止电压：恒流放电至2.0 V”及“ t C倍率下的恒流充放电电流（本文件中 $t=0.1$ 或1）：数值可参考式（2）计算：……”等技术要素主要适用于磷酸铁锂产品。

尽管如此，本标准从结构上的编排（GB/T 1.1-2020 要求）、规范性技术要素的选取和内容确定、测试方法流程的科学性、测试方法细节思考的全面性、可操作性及与其它同类标准的规范性技术要素的兼容性等方面均具备较高的协调性和可拓展使用性。在领会本标准的7.4章电池测试主旨内容的前提下，可以参考该标准，对其它锂离子电池正极电化学性能如首次放电比容量与首次充放电效率性能指标进行测试。

对于其它锂离子电池正极材料，如已发布了专门适用于相关材料的测试方法标准，宜采用已发布的配套性标准进行测试。

3.4 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，西安泰金工业电化学技术有限公司和西北有色金属研究院共发送5种不同厂家样品16组至各参与单位，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。目前，已收到天津国安盟固立新材料科技股份、合肥国轩高科动力能源有限公司、深圳市德方纳米科技股份有限公司、蜂巢能源科技有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、广东邦普循环科技有限公司、中伟新材料股份有限公司、深圳清华大学研究院、万华化学集团股份有限公司、西安亚弘泰新能源科技有限公司、湖北万润新能源有限公司等16家单位反馈的测试报告，

及各单位提出的测试分析方法、方案修正建议。

扣式电池工艺参数验证表见表 2-1、表 2-2、表 2-3 和表 2-4 所示：

表 2-1 扣式电池工艺参数验证表 I（配方 A）

序号	样品 厂家	验证 单位	正极配比 (LFP 占比%)	浆料黏度 (mPa·s)	极片涂层 厚度 (μm)	压实密度 (g/cm ³)	固含量 (%)
1	a	d	80	13440	55.6	1.40	27.4
2		f		14360	52.0	1.46	30%
3		g		/	49.0	1.37	26.8%
4		h		4380	95.0	1.50	27.3%
5	b	d	80	14200	58.6	1.15	27.4%
6		f		14620	55.0	1.16	30%
7		g		/	52.0	1.12	26.8%
8		h		14800	71.0	1.27	27.3%

表 2-2 扣式电池工艺参数验证表 II（配方 B）

序号	样品 厂家	验证 单位	正极配比 (LFP 占比%)	浆料黏度 (mPa·s)	极片涂层 厚度 (μm)	压实密度 (g/cm ³)	固含量 (%)
1	c	c	94.2	10438	44.0	2.36	48.0%
2		x		10320	40.0	2.34	47.0%
3		y		/	56.2	2.38	47.6%
4		z		10260	45.0	2.37	49.0%
5	d	c	94.2	10376	44.0	2.39	48.0%
6		x		10280	41.0	2.34	47.0%
7		y		/	54.8	2.39	47.6%
8		z		10200	45.0	2.37	49.0%

表 2-3 扣式电池工艺参数验证表 III（配方 C）

序号	样品 厂家	验证 单位	正极配比 (LFP 占比%)	浆料黏度 (mPa·s)	极片涂层 厚度 (μm)	压实密度 (g/cm ³)	固含量 (%)
1	e	e	97	5320	73.0	2.44	50.0%
2		o		5600	93.0	2.54	50.0%
3		p		3040	78.0	2.47	50.0%
4		q		5400	76.0	2.45	50.0%
5		b		5190	70.0	2.20	56.0%

表 2-4 扣式电池工艺参数验证表Ⅲ（配方 D）

序号	样品 厂家	验证 单位	正极配比 (LFP 占比%)	浆料黏度 (mPa·s)	极片涂层 厚度 (μm)	压实密度 (g/cm ³)	固含量 (%)
1	e	j	90	/	56.0	1.88	39.1
2		k		/	57.0	1.89	39.2
3		m		/	59.0	2.21	40.0
4		n		/	57.0	2.15	39.6

本标准选取了四个不同的磷酸铁锂正极配比，通过相关单位对电池制备过程中主要工艺参数的验证试验，证明了磷酸铁锂首次放电比容量及首次充放电效率测试方法标准中所制定工艺参数的广泛性和适用性。

为了进一步验证本文件测试方法的重复性和再现性，进行了不同正极配比下扣式电池性能的精密度实验，扣式电池性能的精密度实验数据见表 3-1、表 3-2、表 3-3、表 3-4、表 3-5 和表 3-6 所示。

表 3-1 扣式电池性能的精密度实验数据 I（配方 A/0.1C）

样品 厂家	验证 单位	1st 0.1C/0.1C (25°C ± 2°C)											
		首次充电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)	首次放电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)	首次充 放电效 率(%)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)
a	d	159.9	160.7	2.39	1.49	159.2	158.9	1.56	0.98	99.5	98.9	1.25	1.26
		157.4				156.9				99.7			
		161.3				161.2				99.9			
		160.9				158.4				98.4			
		164.0				158.6				96.9			
	f	161.9	162.3	0.73	0.45	159.1	159.8	0.98	0.61	98.3	98.4	0.18	0.19
		163.1				160.5				98.4			
		161.3				158.5				98.3			
		162.6				160.4				98.6			
		162.8				160.7				98.7			
	g	160.8	160.4	0.53	0.38	158.3	157.9	0.55	0.40	98.4	98.4	0.05	0.06
		160.4				158.0				98.5			
		159.5				157.0				98.4			

		160.8	167.1	2.45	1.47	158.4	162.3	1.98	1.21	98.5	97.1	1.11	1.13
		160.4				157.9				98.4			
	166.7	160.8				96.5							
	168.6	161.3				95.6							
	169.6	164.8				97.2							
	163.2	160.5				98.4							
		167.5				164.0				97.9			
b	d	160.3	160.5	1.44	0.90	159.1	158.6	1.19	0.75	99.2	98.8	0.36	0.37
		158.9				156.8				98.7			
		159.4				158.0				98.8			
		161.6				159.7				98.9			
		162.3				159.4				98.2			
	f	161.5	161.6	0.44	0.27	160.9	160.7	0.72	0.45	99.6	99.4	0.25	0.25
		162.1				161.2				99.4			
		161.3				160.2				99.3			
		162.0				161.3				99.6			
		161.1				159.6				99.0			
	g	159.8	160.2	0.27	0.19	157.4	157.6	0.34	0.25	98.4	98.3	0.17	0.20
		160.4				157.9				98.4			
		160.3				157.1				98.0			
		160.5				157.9				98.4			
		160.2				157.6				98.3			
	h	165.0	165.2	0.69	0.42	159.4	160.5	0.96	0.60	96.6	97.1	0.39	0.40
		164.6				160.2				97.3			
		164.5				160.0				97.3			
		165.8				161.9				97.6			
		166.0				160.9				96.9			

表 3-2 扣式电池性能的精密度实验数据 II (配方 B /0.1 C)

样品 厂家	验证 单位	1st 0.1C/0.1C (25°C±2°C)											
		首次充电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)	首次放电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)	首次充 放电效 率(%)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)
c	c	157.8	157.5	0.37	0.24	153.3	152.8	0.36	0.23	97.1	97.0	0.14	0.15
		157.5				152.7				96.9			
		156.9				152.8				97.2			
		157.6				152.3				96.9			
		157.8				152.7				96.9			
	x	157.2	157.3	0.30	0.19	153.0	152.5	0.46	0.30	97.3	97.0	0.21	0.22

		157.4				152.7				97.0			
		156.8				152.0				97.0			
		157.6				152.9				97.0			
		157.3				152.1				96.7			
	y	158.0	157.3	0.47	0.30	153.3	152.4	0.66	0.43	97.0	96.9	0.19	0.20
		157.3				152.2				96.8			
		157.1				152.7				97.2			
		156.7				151.5				96.7			
		157.2				152.5				97.0			
	z	158.3	158.2	0.30	0.19	153.7	153.6	0.30	0.20	97.1	97.1	0.23	0.24
		158.1				153.2				97.0			
		157.8				153.8				97.5			
		158.6				154.0				97.1			
		158.4				153.5				96.9			
	d	c	162.5	162.8	0.45	0.28	158.1	157.9	0.36	0.23	97.3	97.0	0.24
163			157.9				96.9						
162.1			158.2				97.3						
163			157.3				96.9						
163.2			158.1				96.8						
x		162.7	163.1	0.56	0.34	158.7	158.2	0.38	0.24	97.5	97.0	0.32	0.33
		163.4				158.2				96.8			
		162.3				157.7				97.2			
		163.7				158.4				96.8			
		163.2				158.0				96.8			
y		162.0	162.1	0.55	0.34	157.7	157.6	0.52	0.33	97.3	97.2	0.27	0.28
		161.9				157.1				97.0			
		162.1				158.2				97.6			
		161.5				157.0				97.2			
		163.0				157.9				96.9			
z		162.8	163.4	0.36	0.22	157.9	158.3	0.27	0.17	97.0	96.9	0.17	0.17
		163.6				158.5				96.9			
		163.2				158.6				97.2			
		163.7				158.4				96.8			
		163.5				158.3				96.8			

表 3-3 扣式电池性能的精密度实验数据Ⅲ（配方 C /0.1 C）

样品 厂家	验证 单位	1st 0.1C/0.1C (25℃±2℃)											
		首次充电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD	首次放电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD	首次充 放电效 率(%)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD
e	e												

					(%)				(%)				(%)
		163.6	162.7	0.60	0.37	157.5	157.3	0.72	0.46	96.3	96.7	0.45	0.47
		162.7				158.4				97.4			
		162.8				157.1				96.5			
		162.2				156.4				96.5			
		162.1				157.3				97.0			
	o	164.7	164.3	0.36	0.22	160.53	160.6	0.25	0.16	97.5	97.7	0.15	0.16
		164.2				160.72				97.9			
		163.9				160.32				97.8			
		164.1				160.60				97.8			
		164.7				161.01				97.7			
	p	163.5	164.7	0.72	0.44	159.4	159.4	0.23	0.14	97.5	96.8	0.43	0.44
		165.0				159.6				96.8			
		165.1				159.5				96.6			
		165.3				159.4				96.4			
		164.5				159.0				96.6			
	q	162.8	162.7	0.30	0.18	158.4	158.2	0.34	0.22	97.3	97.2	0.26	0.27
		163.2				157.9				96.8			
		162.7				158.3				97.3			
		162.4				157.7				97.1			
		162.6				158.5				97.5			
	b	161.5	161.5	0.53	0.33	159.4	159.3	0.53	0.33	98.7	98.6	0.09	0.09
		162.4				159.9				98.5			
		161.3				158.9				98.5			
		161.0				158.7				98.6			
		161.3				159.8				98.5			

表 3-4 扣式电池性能的精密度实验数据IV (配方 C / 1 C)

样品 厂家	验证 单位	1st 1C/C (25°C±2°C)											
		首次充电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)	首次放电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)	首次充 放电效 率(%)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)
e	e	159.6	159.1	0.46	0.29	135.3	134.9	0.54	0.40	84.1	84.8	0.13	0.15
		159.6				135.6				84.5			
		159.1				134.7				84.6			
		158.8				134.4				84.5			
		158.6				134.4				83.1			
	o	159.1	159.1	0.29	0.18	144.0	144.0	0.23	0.16	90.5	90.5	0.08	0.09

		158.7				143.8				90.6			
		158.9				143.7				90.4			
		159.4				144.3				90.5			
		159.3				144.0				90.4			
	p	161.7	161.9	0.23	0.14	139.9	140.1	0.20	0.14	86.5	86.5	0.15	0.18
			161.3				139.8			86.7			
			161.8				139.8			86.4			
			161.8				140.2			86.7			
			161.8				139.8			86.4			
	q	160.2	160.5	0.50	0.31	138.7	138.6	0.72	0.52	86.4	86.6	0.60	0.69
			159.8				138.3			86.5			
			159.5				139.2			87.3			
			160.3				139.7			87.1			
			160.7				137.9			85.8			
	b	161.5	161.1	0.48	0.30	141.2	141.7	0.38	0.27	88.0	87.4	0.43	0.50
			161.4				140.9			87.3			
			161.0				141.2			87.7			
			161.9				140.7			86.9			
			162.1				141.3			87.2			

表 3-5 扣式电池性能的精密度实验数据 V (配方 D/0.1 C)

样品 厂家	验证 单位	1st 0.1C/0.1C (25°C±2°C)											
		首次充电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对 标准 偏差 RSD (%)	首次放电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)	首次充 放电效 率(%)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)
e	j	161.2	161.2	0.41	0.25	155.0	154.0	0.68	0.44	95.2	96.3	1.46	1.51
		160.9				153.1				96.6			
		161.3				153.8				97.6			
		161.9				154.0				97.6			
		160.9				153.9				94.4			
	k	160.5	161.1	0.64	0.40	153.4	155.3	2.61	1.68	95.6	96.4	1.30	1.40
		161.8				155.5				96.1			
		161.5				157.5				97.5			
		161.2				158.0				98.0			
		160.3				151.9				94.8			
	m	160.7	161.7	1.40	0.87	157.1	156.6	1.12	0.71	97.8	96.9	1.14	1.18
		162.5				155.3				95.6			
		161.5				158.2				98.0			

		163.6				156.63				95.7			
		160.1				155.89				97.4			
	n (30°C 作参 考)	159.8	158.5	1.23	0.78	153.8	152.4	1.23	0.81	96.2	96.2	0.83	0.86
		158.0				153.0				96.9			
		159.8				151.8				95.0			
		157.3				150.6				95.7			
		157.4				152.8				97.0			

表 3-6 扣式电池性能的精密度实验数据VI (配方 D / 1 C)

样品 厂家	验证 单位	1st 1C/C (25°C±2°C)											
		首次充电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对 标准 偏差 RSD (%)	首次放电 比容量 (mAh/g)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)	首次充 放电效 率(%)	均值 AVE	标准 偏差 S	相对标 准偏差 RSD (%)
e	j	156.2	155.5	0.51	0.33	133.8	132.7	0.80	0.60	85.7	85.3	0.26	0.31
		154.8				131.8				85.1			
		155.4				132.1				85.0			
		155.7				133.1				85.5			
		155.6				132.7				85.3			
	k	145.6	148.7	2.98	2.00	136.7	140.1	3.73	2.66	93.9	94.2	0.72	0.76
		148.8				141.0				94.8			
		150.6				142.6				94.7			
		152.5				144.5				94.8			
		145.9				135.9				93.1			
	m	158.2	158.5	0.46	0.29	137.8	138.0	0.55	0.40	87.1	87.1	0.55	0.22
		158.0				137.2				86.8			
		158.9				138.6				87.2			
		159.0				138.3				87.0			
		158.2				138.1				87.3			
	n (30°C 作参 考)	144.6	142.2	2.52	1.77	130.89	128.4	2.77	2.16	90.5	90.3	0.38	0.42
		141.7				128.14				90.4			
142.9		129.07				90.3							
138.2		123.80				89.6							
143.9		130.09				90.4							

针对上述反馈测试报告及各单位给出的建议,本标准工作组对制定标准进行了认真的修改和完善,并运用统计学原理进行了柯克伦检验和格拉布斯检验以验证测试数据的重复性和再现性。

根据柯克伦检验临界值表，n=5（5次重复测试），p=4（4个独立实验室），柯克伦检验5%临界值为0.629，1%临界值为0.721；而对n=5（5次重复测试），p=5（5个独立实验室），柯克伦检验5%临界值为0.544，1%临界值为0.633。表4-1为首次放电容量的柯克伦检验异常统计，表4-2为首次充放电效率的柯克伦检验异常统计。柯克伦检验数据显示，表4-1水平7存在单个歧离值，表4-2水平6存在单个歧离值，歧离值在数据分析中予以保留。表4-1和表4-2中的所有数据都没有离群值。

表 4-1 首次放电容量的柯克伦检验异常统计

样品	a	b	c	d	e	e	e	e
充放电倍率	0.1 C	1 C	0.1 C	1 C				
水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6	水平 7	水平 8
标准偏差 最大值 S_{\max}	1.98	1.19	0.66	0.52	0.72	0.72	2.61	3.73
$\sum S_i^2$ (i=1-4 或 5)	7.62	2.97	0.87	0.62	1.03	1.04	10.04	22.53
柯克伦检验统 计量 C	0.514	0.477	0.501	0.436	0.503	0.498	0.677	0.617
歧离值 (Y/N)	N	N	N	N	N	N	Y	N
离群值 (Y/N)	N	N	N	N	N	N	N	N

表 4-2 首次充放电效率的柯克伦检验异常统计

样品	a	b	c	d	e	e	e	e
充放电倍率	0.1 C	1 C	0.1 C	1 C				
水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6	水平 7	水平 8
标准偏差 最大值 S_{\max}	1.25	0.39	0.23	0.32	0.45	0.60	1.46	0.72
$\sum S_i^2$ (i=1-4 或 5)	2.83	0.37	0.15	0.29	0.49	0.59	5.81	1.03
柯克伦检验统 计量 C	0.552	0.411	0.353	0.353	0.413	0.610	0.367	0.503
歧离值 (Y/N)	N	N	N	N	N	Y	N	N
离群值 (Y/N)	N	N	N	N	N	N	N	N

根据格拉布斯检验临界值表，测量次数 n=5 时，格拉布斯检验 5% 临界值为

1.672，1%临界值为 1.749。表 5-1 为首次放电容量的格拉布斯检验统计，表 5-2 为首次充放电效率的格拉布斯检验统计。格拉布斯检验表明，首次放电容量和首次充放电效率的测试数据都没有歧离值和离群值。

表 5-1 首次放电容量的格拉布斯检验统计

水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6	水平 7	水平 8
均值最大值 \bar{X}_{\max}	162.3	160.7	153.6	158.3	160.6	144.0	156.6	140.1
均值最小值 \bar{X}_{\min}	157.9	157.6	152.4	157.6	157.3	134.9	152.4	128.4
均值平均值 \bar{X}	159.7	159.3	152.8	158.0	159.0	139.7	154.6	134.8
均值标准偏差 S	1.88	1.50	0.54	0.32	1.26	3.35	1.80	5.28
$\bar{X}_{\max} - \bar{X}$	2.6	1.4	0.8	0.3	1.6	4.3	2.0	5.3
$\bar{X} - \bar{X}_{\min}$	1.8	1.7	0.4	0.4	1.7	4.8	2.2	6.4
$G_i = X_i - \bar{X} / S$ (i 为可疑值序号)	1.383	1.133	1.481	1.250	1.349	1.433	1.222	1.212
歧离值	N	N	N	N	N	N	N	N
离群值	N	N	N	N	N	N	N	N

表 5-2 首次充放电效率的格拉布斯检验统计

水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6	水平 7	水平 8
均值最大值 \bar{X}_{\max}	98.9	99.4	97.1	97.2	98.6	90.5	96.9	94.2
均值最小值 \bar{X}_{\min}	97.1	97.1	96.9	96.9	96.7	84.8	96.2	85.3
均值平均值 \bar{X}	98.2	98.4	97.0	97.0	97.4	87.2	96.5	89.2
均值标准偏差 S	0.77	0.98	0.13	0.13	0.78	2.09	0.31	3.91
$\bar{X}_{\max} - \bar{X}$	0.7	1.0	0.1	0.2	1.2	3.2	0.4	5.0
$\bar{X} - \bar{X}_{\min}$	1.1	1.3	0.1	0.1	0.7	2.4	0.3	3.9
$G_i = X_i - \bar{X} / S$ (i 为可疑值序号)	1.429	1.327	0.769	1.538	1.538	1.531	1.290	1.279
歧离值	N	N	N	N	N	N	N	N
离群值	N	N	N	N	N	N	N	N

从表 4 和表 5 的统计结果可以看出，柯克伦检验和格拉布斯检验均无异常值，证明本文件给出的测试方法可靠，重复性和再现性好。

表 6-1 和表 6-2 分别给出了本文件中首次放电容量和首次充放电效率的重复

性限和再现性限。

表 6-1 首次放电容量的重复性限和再现性限

水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6	水平 7	水平 8
均值平均值	159.7	159.3	152.8	158.0	159.0	139.7	154.6	134.8
重复性限 标准差 S_r	1.380	0.862	0.466	0.393	0.454	0.458	1.584	2.373
实验室间 标准差 S_L	1.780	1.452	0.502	0.263	1.242	3.341	1.651	5.174
再现性限 标准差 S_R	2.252	1.688	0.685	0.473	1.322	3.372	2.289	5.693
重复性限 r	3.864	2.413	1.303	1.100	1.271	1.281	4.436	6.645
再现性限 R	6.306	4.728	1.918	1.324	3.702	9.442	6.408	15.939

表 6-2 首次充放电效率的重复性限和再现性限

水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6	水平 7	水平 8
均值平均值	98.2	98.4	97.0	97.1	97.4	87.2	96.5	89.2
重复性限 标准差 S_r	0.841	0.305	0.195	0.256	0.317	0.344	1.205	0.508
实验室间 标准差 S_L	0.672	0.967	0.031	0.052	0.765	2.088	0.440	3.902
再现性限 标准差 S_R	1.077	1.014	0.198	0.261	0.826	2.116	1.283	3.935
重复性限 r	2.355	0.855	0.547	0.716	0.873	0.962	3.375	1.422
再现性限 R	3.015	2.839	0.553	0.731	2.314	5.925	3.592	11.017

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、国外同类标准水平的对比分析

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的情况

经查，现有磷酸铁锂产品行业标准（YS/T 1027-2015），本标准建议作为 YS/T 1027-2015 的电化学性能测试方法配套标准。

五、预期达到的社会效益、经济效益等情况

5.1 经济效益

磷酸铁锂材料缓解了正极材料对钴的依赖，降低了原料的采购成本，最终使电池产品的价格下降；准确评价磷酸铁锂材料首次放电比容量及首次充放电效率，有助于通过数据分析研究上游前驱体供应商产品的稳定性；同时，以上两种指标都与正极材料的电化学性能密切相关。因此，在制定材料测试标准化的基础上，能更为有效地指导厂商对产品进行工艺参数方面的改进和改善，使相关的研发企业少走弯路，更为有效地进行新材料与新产品的开发和制造，同时研发成本将得到有效地缩减。

5.1 社会效益

锂离子电池是国家发展的重点产业。磷酸铁锂材料的发展符合重点发展产业要求，规范材料的电化学性能测试方法是研发及规模化生产正极材料的前提和基础，本文件的制定符合这一发展的需要。在动力电池领域，由于国家的支持力度较大，同时在电动车领域投入了大量的补贴，也促使动力电池连带的电池材料行业得到飞速发展，磷酸铁锂材料一方面能满足动力电池功率密度高的特点，另一方面又能满足动力电池安全性的特点，是未来动力及储能电池中所采用的主力材料之一，对其进行测试方法的标准化是极其必要的。在 5G 基站的应用领域，磷酸铁锂电池的决定性竞争优势早已得到行业的认可，通信信号塔后备电源电池将由磷酸铁锂电池逐步替代铅酸蓄电池。对其进行测试方法的标准化是推动 5G 网络覆盖水平，持续打造 5G 高质量网络，推动全社会数字化、壮大数字经济的重中之重。

本文件的颁布将会为评价磷酸铁锂材料的电化学性能提供较为准确规范的依据，进而推进磷酸正极材料行业的发展，带动动力电池技术的不断更新，促进电动汽车在国内市场上的普及，为节能环保事业做出贡献。

六、标准中涉及专利的知识产权的说明

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

七、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。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧。

九、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议作为国家推荐性标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准反映了磷酸铁锂电化学性能的具体测试方法及其可靠性,建议发布后尽快宣贯。

十一、废止现行有关标准的建议

无。

十二、其他应予说明的事项

无

《磷酸铁锂电化学性能测试-首次放电比容量及
首次充放电效率测试方法》标准编制组

2022年3月15日