

# 锂硅合金化学分析方法

## 第 2 部分：铁、镍、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

### 编制说明

（送审稿）

主编单位：国标（北京）检验认证有限公司

2022 年 9 月

**锂硅合金化学分析方法**  
**第 2 部分：铁、镍、铬含量的测定**  
**电感耦合等离子体原子发射光谱法**  
**编制说明（送审稿）**

## **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 2020 年第三批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函〔2020〕263 号）的文件精神，行业标准《锂硅合金化学分析方法 第 2 部分：铁、镍、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》由全国有色金属标准化技术委员会负责归口，由国标（北京）检验认证有限公司牵头起草。该项目计划编号为 2020-1551T-YS，项目计划完成年限为 2022 年。

### **1.2 主要参加单位和工作组成员及其工作**

本文件起草单位有：国标（北京）检验认证有限公司、广东省工业分析检测中心、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、国合通用（青岛）测试评价有限公司、天齐锂业股份有限公司、北矿检测技术有限公司、金川集团股份有限公司、湖南航天天麓新材料检测有限责任公司、宜春赣锋锂业有限公司。

其中国标（北京）检验认证有限公司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。广东省工业分析检测中心、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、国合通用（青岛）测试评价有限公司、天齐锂业股份有限公司、北矿检测技术有限公司、金川集团股份有限公司、湖南航天天麓新材料检测有限责任公司、宜春赣锋锂业有限公司负责提供精密度试验数据，并对标准文本提出修改意见。

起草单位国国标（北京）检验认证有限公司是国家有色金属行业最知名的第三方检验机构，其前身是北京有色金属研究总院分析测试技术研究所，于 2015 年 8 月改制为北京有色金属研究总院控股的，具有独立法人的第三方检测机构。它同时是两个中心的主体，第一个是国家有色金属及电子材料分析测试中心，业务上由中华人民共和国科学技术部直接领导，是我国十五个国家级分析测试中心之一；第二个是国家有色金属质量监督检验中心，由原技术监督局 1986 年批准建立，长期为国家质量技术监督检验检疫总局进行有色金属行业质量监督和许可证审查检验工作。

### **1.3 主要工作过程**

国标（北京）检验认证有限公司在接到该标准制订任务后，立即组织骨干人员成立了标准编制组，制定了该标准的研究内容、技术路线、任务分工和进度安排。主要工作过程经历以下阶段：

### 1.3.1 起草阶段

任务落实：

2021年4月20日-22日，全国有色金属标准化技术委员会在贵州省贵阳市召开了有色金属标准工作会议。会上对《锂硅合金化学分析方法》系列标准进行了任务落实。确定了由国标（北京）检验认证有限公司负责《锂硅合金化学分析方法 第2部分：铁、镍、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》的起草工作，由广东省工业分析检测中心、天齐锂业股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、国合通用（青岛）测试评价有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、北矿检测技术有限公司、金川集团股份有限公司、湖南航天天麓新材料检测有限责任公司、宜春赣锋锂业有限公司等单位协助起草。会上确定制订计划、时间节点等事项，并形成了任务落实会的会议纪要。。

（2）样品收集及试验研究：

2021年4月~2021年9月国标（北京）检验认证有限公司负责样品的收集，经检验成分均匀，可以作为该标准试样研究的统一样品。

2021年9月~2021年12月本编制组开展了大量试验研究工作，包括溶样酸用量的考察、共存元素干扰情况的研究，形成了标准文本、试验报告和编制说明的讨论稿。

2021年12月6日~8日，全国有色金属标准工作会议在云南省昆明市召开标准讨论会，来自全国有色金属标准化技术委员会、国合通用测试评价认证股份公司、西安汉唐分析检测有限公司、广东省科学院工业分析检测中心等单位的专家代表参会。会上对该标准的研究进展及实验中遇到的问题进行认真、细致地讨论，并提出了改进建议。

### 1.3.2 征求意见阶段

（1）本编制组通过发函，在中国有色金属标准质量信息网上公开和会议讨论等形式对《锂硅合金化学分析方法 第2部分：铁、镍、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准征求意见稿进行意见征询。

（2）标准预审：

2022年7月19日~21日全国有色金属标准化技术委员会在江西省赣州市召开有色金属标准工作会议，会上对《锂硅合金化学分析方法 第2部分：铁、镍、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》进行预审。来自广东省工业分析检测中心、深圳市中金

岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、国合通用（青岛）测试评价有限公司等 10 余家的代表对《锂硅合金化学分析方法 第 2 部分：铁、镍、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》的标准讨论稿、试验报告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。

（3）在标准意见征询阶段，本编制组面向国内主要的锂硅材料生产厂家、用户、科研院所和第三方检测机构广泛征求意见。本编制组共向 20 家单位发送了《锂硅合金化学分析方法 第 2 部分：铁、镍、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》的征求意见稿，收到回函的单位数为 20 个，回函并有建议或意见的单位数为 3 个，征求意见具有广泛性和代表性，具体详见《标准征求意见稿意见征求汇总处理表》。本编制组根据回函的意见和建议对标准征求意见稿进行了修改，并于 2022 年 9 月形成了送审稿。

## 二、标准编制原则

**2.1 符合性：**本文件严格按照 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行编制。

**2.2 适用性和先进性：**依据锂硅合金的产品标准 YS/T 829-2012《电池级锂硅合金》的要求，并结合锂硅合金生产和使用的实际需求，确定测定方法和测定范围，提高了本标准的适用性。通过充分调研，采用操作简便、灵敏度高、精密度和准确好、在行业内普及的分析方法，能很好地满足行业对锂硅合金的分析测试需求，提高了本标准的可操作性和先进性。

## 三、确定标准主要内容的依据

本文件是首次制定，并且是在充分调研了锂硅合金生产和应用的实际情况以及相关标准、文献的基础上完成的。

本方法研究过程中考察了称样量、不同溶样方法及试剂用量、酸度影响、基体干扰及共存元素干扰等条件试验。

### 3.1 仪器参数的选择

仪器工作参数是电感耦合等离子体发射光谱分析中影响结果的重要因素，对 ICP 分析谱线、射频功率、雾化器流速、观察高度、蠕动泵泵速等条件进行了单因素分析，确定了最佳的工作条件。见表 1。

表 1 仪器测量参数

参数 仪器	RF 功率 P/W	雾化气 流量(L/min)	辅助气 流量 q/(L/min)	冷却气流量 q/(L/min)	观察 高度 h/mm	进液泵速 v/(mL/min)
	1200	0.75	1.5	15	10	2.0

经过一验单位试验验证，得到的结论与起草单位基本一致。

### 3.2 称样量、定容体积及分取体积

根据测定元素范围及工作曲线等条件，确定称样量 0.20g。

经过一验单位试验验证，得到的结论与起草单位基本一致。

## 3、溶样方式及溶样酸用量

### 3.1. 溶样方式

通过查阅相关文献及实验室试相关工作经验，确定了选取不同溶样方式，称取 0.20 g 试样于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入不同量的酸，通过实验现象发现硝酸、氢氟酸组合加入可以快速完全溶解试样。

表 2 不同溶样方法实验

方法号	方法内容	实验现象	结论
1	5 mL 浓硝酸	溶解不完全	
2	5 mL 浓硝酸+2mL 氢氟酸	反应速度快、溶解完全	√
3	5 mL 浓硝酸+2mL 过氧化氢	溶解不完全	
4	5 mL 浓硝酸+2 mL 硫酸	溶解不完全	

经过一验单位试验验证，得到的结论与起草单位基本一致。

### 3.2 溶样酸用量

对选取的硝酸氢氟酸溶样体系进行了不同酸量试验，固定样品量等其他试验条件改变不同酸加入体积结果见表 4 和表 5，通过实验表明硝酸在 5mL 以上，氢氟酸在 1mL 以上反应速度较快，本实验最终选取硝酸 5mL，氢氟酸 2mL。

固定氢氟酸加入体积为 1 mL 结果见表 3。

表 3 溶样酸用量试验

序号	浓硝酸用量/mL	实验现象	结论
1	2	反应缓慢	
2	5	反应速度快、溶解完全	√
3	8	反应速度快、溶解完全	
4	10	反应速度快、溶解完全	

固定硝酸加入体积为 5 mL，结果见表 4。

表 4 溶样酸用量试验

序号	氢氟酸用量/mL	实验现象	结论
1	0.5	反应速度较慢、溶解完全	
2	1	反应速度较快、溶解完全	

3	2	反应速度快、溶解完全	√
4	5	反应速度快、溶解完全	

经过一验单位试验验证，得到的结论与起草单位基本一致。

### 3.4、酸度影响

实验选择硝酸、氢氟酸作为测定介质，考察了硝酸、氢氟酸酸度对被测元素的影响。制备一系列质量浓度为 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$  混合标准溶液，考察了硝酸、氢氟酸体积分数为 1.0%、2.0%、5.0%、10.0%、15.0%时对各元素测定的影响。结果见表 5。表中数据表明 1.0%~15.0% 的酸度各元素测定比较稳定，数据变化不大。

表 5 酸度影响

氢氟酸+硝酸体积分数	Cr ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	Fe ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	Ni ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )
1.0%	1.02	1.03	1.03
2.0%	1.01	1.02	1.02
5.0%	1.02	1.02	1.02
10.0%	0.98	0.99	1.01
15.0%	0.97	0.97	1.02

经过一验单位试验验证，得到的结论与起草单位基本一致。

### 3.6、分析谱线选择

在厂家推荐的仪器工作条件下，每个待测元素选择 3~4 条谱线，建立测定方法。对混合杂质元素级差标准溶液进行测定，制作工作曲线，再测定空白溶液。根据每一条谱线测得的强度值、波峰形状和基线情况，波峰尖锐、基线平滑、无干扰峰或干扰峰较小的谱线作为测定谱线；同时查看每一条谱线的线性系数和测定结果，选择线性系数大于 0.9995，且测定结果接近零的谱线。各待测元素的推荐分析线见表 6。

表 6 被测元素的分析谱线

元素	波长/nm
Cr	267.716
Fe	238.204
Ni	231.604

经过一验单位试验验证，得到的结论与起草单位基本一致。

### 3.7、元素干扰

该方法采用硝酸、氢氟酸溶解样品，锂硅合金中主要成分是锂和硅，而磨样过程中可能引入少量待测元素铁、镍、铬杂质元素。考察了基体锂和硅对测定结果影响。移取 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$  铁、铬、镍移入 50mL 容量瓶，分别加入 2mg/mL 和 4mg/mL 的锂、硅，测定结果见表 7-10 所示。

表 7 锂含量加入对各元素的影响

锂浓度/mg/mL	Cr/ $\mu\text{g}/\text{mL}$	Fe/ $\mu\text{g}/\text{mL}$	Ni/ $\mu\text{g}/\text{mL}$
2	1.02	1.03	1.04
4	1.03	1.06	1.04

表 8 硅含量加入量对各元素的影响

硅/mg/mL	Cr/ug/ml	Fe/ug/ml	Ni/ug/ml
2	1.04	1.01	1.02
4	1.02	1.05	1.01

表 9 锂和硅共同干扰影响

锂-硅浓度/mg/mL	Cr/μg/mL	Fe/μg/mL	Ni/μg/mL
2-4	0.94	0.94	0.95
4-2	0.92	0.92	0.93

表 10 基体匹配下，锂和硅共同干扰影响

锂-硅浓度/mg/mL	Cr/μg/mL	Fe/μg/mL	Ni/μg/mL
2-4	0.97	0.98	0.97
4-2	0.95	0.96	0.95

由表可以看出，不同锂和硅加入量对各待测元素略有影响，考虑不同仪器基体干扰影响不太一致，因此该方法采用基体匹配测定。

经过一验单位试验验证，得到的结论与起草单位基本一致。

### 3.8 仪器检出限和测定下限

测定 11 次空白溶液，计算标准偏差，以 3 倍的空白值的标准偏差所对应的浓度为检出限，以 10 倍标准偏差对应的浓度作为测定下限，计算结果见表 11。由表 11 中数据可见，各元素的测定下限完全可以满足测定要求。

表 11 仪器检出限和测定下限

分析元素	检出限/μg/ml	定量下限/%
Fe	0.0011	0.00009
Cr	0.00091	0.00007
Ni	0.0012	0.00009

经过一验单位试验验证，得到的结论与起草单位基本一致。

### 4、方法精密度试验

按照选定的实验方法对样品 1、样品 2、合成样品 3（样品 2 为基体 Ni、Cr 合成至 0.0050%,Fe 合成至 0.05%，），合成样品 4（样品 2 为基体 Ni、Cr 合成至 0.050%,Fe 合成至 0.4%，）精密度试验结果见附件 1。

### 5 加标回收试验

称取 1#样品, 第一份不加标, 第二份加入 Ni、Cr 各 500 $\mu$ g, 第三份加入 Ni、Cr 各 1000 $\mu$ g。  
 称取 2#样品, 第一份不加标, 第二份加入 Fe 量 25 $\mu$ g, 第三份加入 Fe 量 50 $\mu$ g 得到其回收率如表 11 和 12 所示, 从表中可见加标回收率在 95.0%~105.2%之间。

表 12 1#加标回收率

元素	加入量/ $\mu$ g	回收率/%	加入量/ $\mu$ g	回收率/%
Cr	500	95.0	1000	103.8
Ni	500	96.2	1000	105.2

表 13 2#加标回收率

元素	加入量/ $\mu$ g	回收率/%	加入量/ $\mu$ g	回收率/%
Fe	25	96.3	50	99.8

表 14 起草单位的精密度

元素	样品水平	质量分数 w/%							平均值 w/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		
Fe	1#	0.0122	0.0122	0.0122	0.0120	0.0121	0.0123	0.0118	0.0121	1.2
	2#	0.0513	0.0514	0.0515	0.0521	0.0532	0.0524	0.0529	0.0521	1.5
	3#	0.419	0.408	0.405	0.416	0.406	0.412	0.403	0.410	1.5
Ni	1#	0.00549	0.00532	0.00568	0.00559	0.00512	0.00532	0.00526	0.00540	3.7
	2#	0.0507	0.0512	0.0508	0.0513	0.0509	0.0521	0.0503	0.0510	1.2
	3#	0.162	0.167	0.158	0.158	0.164	0.167	0.171	0.164	2.8
Cr	1#	0.00537	0.00555	0.00545	0.00565	0.00536	0.00548	0.00552	0.00548	1.9
	2#	0.0508	0.0512	0.0519	0.0529	0.0508	0.0497	0.0493	0.0509	2.5
	3#	0.253	0.256	0.252	0.245	0.250	0.252	0.256	0.252	1.4

表 15 广东工业分析检测中心的精密度

元素	样品水平	质量分数 w/%							平均值 w/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		
Fe	1#	0.0124	0.0126	0.0124	0.0128	0.0127	0.0127	0.0127	0.0126	1.2
	2#	0.0519	0.0526	0.0524	0.0526	0.0517	0.0520	0.0521	0.0522	0.7
	3#	0.422	0.426	0.428	0.422	0.422	0.430	0.423	0.425	0.7
Ni	1#	0.00507	0.00505	0.00496	0.00523	0.00525	0.00518	0.00501	0.00511	2.2
	2#	0.0463	0.0480	0.0479	0.0475	0.0478	0.0469	0.0472	0.0474	1.3
	3#	0.165	0.160	0.166	0.162	0.159	0.159	0.161	0.162	1.7
Cr	1#	0.00573	0.00571	0.00575	0.00602	0.00598	0.00590	0.00563	0.00582	2.5
	2#	0.0483	0.0491	0.0479	0.0488	0.0485	0.0477	0.0485	0.0484	1.0
	3#	0.213	0.211	0.205	0.217	0.214	0.213	0.206	0.211	2.0

表 16 中金岭南的精密密度

元素	样品水平	质量分数 w/%							平均值 w/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		
Fe	1#	0.0126	0.0135	0.0123	0.0127	0.0144	0.0132	0.0150	0.0134	6.887
	2#	0.0515	0.0522	0.0513	0.0519	0.0529	0.0537	0.0541	0.0525	1.911
	3#	0.416	0.426	0.429	0.431	0.418	0.413	0.416	0.421	1.583
Ni	1#	0.00568	0.0057	0.0052	0.0051	0.0050	0.0058	0.0054	0.0054	5.488
	2#	0.0503	0.0511	0.0508	0.0506	0.0511	0.0519	0.0521	0.0511	1.195
	3#	0.174	0.169	0.159	0.161	0.167	0.158	0.162	0.1643	3.316
Cr	1#	0.00545	0.0054	0.0056	0.0053	0.0057	0.0051	0.0059	0.0055	4.471
	2#	0.0522	0.0514	0.0514	0.0516	0.0511	0.0513	0.0503	0.0513	1.029
	3#	0.241	0.249	0.231	0.234	0.253	0.258	0.259	0.2465	4.218

表 17 北矿的精密密度

元素	样品水平	质量分数 w/%							平均值 w/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		
Fe	1#	0.0180	0.0170	0.0186	0.0182	0.0172	0.0182	0.0173	0.0178	3.6
	2#	0.0665	0.0657	0.0655	0.0658	0.0675	0.0653	0.0660	0.0660	1.1
	3#	0.421	0.423	0.422	0.428	0.415	0.426	0.427	0.423	1.0
Ni	1#	0.00544	0.00540	0.00532	0.00524	0.00535	0.00543	0.00531	0.00535	1.4
	2#	0.0499	0.0508	0.0513	0.0516	0.0508	0.0505	0.0518	0.0510	1.3
	3#	0.187	0.185	0.191	0.188	0.193	0.190	0.190	0.189	1.4
Cr	1#	0.00551	0.00553	0.00569	0.00544	0.00556	0.00543	0.00550	0.00552	1.6
	2#	0.0512	0.0513	0.0515	0.0526	0.0516	0.0529	0.0520	0.0519	1.3
	3#	0.283	0.299	0.286	0.285	0.293	0.283	0.296	0.288	2.3

表 14 金川集团的精密度

元素	样品水平	质量分数 w/%							平均值 w/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		
Fe	1#	0.0124	0.0124	0.0124	0.012	0.0124	0.0124	0.0121	0.0123	1.41
	2#	0.05208	0.05262	0.0519	0.0525	0.052	0.0525	0.0519	0.0522	0.6
	3#	0.418	0.418	0.414	0.415	0.4222	0.417	0.420	0.417	0.418
Ni	1#	0.00534	0.00543	0.00534	0.00543	0.00534	0.00547	0.00557	0.00542	1.59
	2#	0.0509	0.0509	0.0505	0.0506	0.0515	0.0508	0.0512	0.0507	0.0509
	3#	0.161	0.162	0.158	0.157	0.162	0.160	0.157	0.160	1.39
Cr	1#	0.00548	0.00559	0.00546	0.00557	0.00532	0.00543	0.00548	0.00548	1.64
	2#	0.0516	0.0516	0.0511	0.0511	0.0519	0.0513	0.0516	0.0516	0.0515
	3#	0.256	0.248	0.248	0.252	0.258	0.253	0.254	0.253	1.49

表 14 湖南航天天麓新材料检测有限责任公司的精密度

元素	样品水平	质量分数 w/%							平均值 w/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		
Fe	1#	0.0118	0.0119	0.0123	0.0121	0.0120	0.0119	0.0117	0.0120	1.6
	2#	0.0520	0.0530	0.0518	0.0531	0.0543	0.0533	0.0521	0.0528	1.7
	3#	0.402	0.412	0.409	0.409	0.412	0.398	0.395	0.405	1.6
Ni	1#	0.00541	0.00518	0.00541	0.00533	0.00524	0.00540	0.00519	0.00531	2.0
	2#	0.0505	0.0512	0.0521	0.0518	0.0523	0.0511	0.0523	0.0516	1.3
	3#	0.160	0.163	0.164	0.161	0.158	0.168	0.164	0.162	1.5
Cr	1#	0.00548	0.00547	0.00531	0.00538	0.00529	0.00535	0.00532	0.00537	1.5
	2#	0.0516	0.0519	0.0501	0.0496	0.0502	0.0500	0.0496	0.0504	1.7
	3#	0.243	0.246	0.245	0.245	0.247	0.243	0.245	0.245	0.57

表 15 天齐锂业的精密度

元素	样品水平	质量分数 w/%							平均值 w/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		
Fe	1#	0.0118	0.011	0.0113	0.0108	0.0108	0.0106	0.0109	0.0110	3.65
	2#	0.0528	0.0491	0.0516	0.0513	0.0509	0.0519	0.0501	0.05110	2.38
	3#	0.416	0.408	0.412	0.396	0.402	0.390	0.411	0.405	2.32
Ni	1#	0.00507	0.00508	0.00516	0.00498	0.00532	0.00494	0.00514	0.00510	2.47
	2#	0.0519	0.0493	0.052	0.0516	0.0503	0.0489	0.0508	0.051	2.46
	3#	0.163	0.164	0.168	0.159	0.163	0.165	0.167	0.164	1.81
Cr	1#	0.00520	0.00519	0.00506	0.00522	0.00494	0.00488	0.00515	0.00509	2.66
	2#	0.0515	0.0492	0.0521	0.0518	0.0502	0.0508	0.0489	0.051	2.49
	3#	0.241	0.245	0.259	0.243	0.248	0.246	0.249	0.247	2.37

表 16 宜春赣锋锂业的精密度

元素	样品水平	质量分数 w/%							平均值 w/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		
Fe	1#	0.0162	0.0166	0.0163	0.0152	0.0159	0.0146	0.0152	0.0157	4.55
	2#	0.0665	0.0668	0.0664	0.0653	0.0660	0.0648	0.0655	0.0659	1.09
	3#	0.4032	0.4093	0.4092	0.4050	0.4042	0.4042	0.4057	0.4058	0.61
Ni	1#	0.0057	0.0057	0.0056	0.0057	0.0057	0.0058	0.0055	0.0057	1.93
	2#	0.0506	0.0508	0.0509	0.0512	0.0501	0.0503	0.0503	0.0506	0.75
	3#	0.212	0.231	0.217	0.211	0.210	0.217	0.215	0.216	3.28
Cr	1#	0.0058	0.0058	0.0056	0.0057	0.0057	0.0055	0.0061	0.0057	3.27
	2#	0.0517	0.0508	0.0508	0.0506	0.0501	0.0507	0.0505	0.0508	1.00
	3#	0.287	0.370	0.307	0.308	0.285	0.320	0.296	0.310	9.33

表 17 国合青岛的精密度

元素	样品水平	质量分数 w/%							平均值 w/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		
Fe	1#	0.0116	0.0112	0.0111	0.0114	0.0114	0.0112	0.0110	0.011	1.83
	2#	0.0520	0.0511	0.0513	0.0520	0.0523	0.0522	0.0521	0.0519	0.90
	3#	0.404	0.398	0.402	0.402	0.405	0.405	0.407	0.403	0.73
Ni	1#	0.00501	0.00508	0.00521	0.00514	0.00512	0.00518	0.00512	0.00512	1.28
	2#	0.0509	0.0511	0.0510	0.0508	0.0509	0.0506	0.0508	0.0509	0.32
	3#	0.155	0.158	0.162	0.158	0.159	0.158	0.161	0.159	1.44
Cr	1#	0.00513	0.00522	0.00521	0.00522	0.00523	0.00526	0.00518	0.00521	0.80
	2#	0.0512	0.0509	0.0512	0.0508	0.0516	0.0517	0.0516	0.0513	0.70
	3#	0.245	0.249	0.246	0.249	0.240	0.239	0.252	0.246	1.96

对各试验室数据进行科克伦检验，大于临界值的数据，将对应的最大偏差的实验室的数据剔除，不参与后续计算。在科克伦检验方差后，剔除方差最大实验室数据后，再采用格拉布斯（Grubbs）检验法对上述数据结果的异常值进行检验，剔除之后的实验室和数据个数结果见表 18 所示：

表 18 柯克伦检验数据统计

样品编号	元素	柯克伦检验后 实验室个数	格拉布斯检验 数据个数
1	Fe	6	42
	Ni	9	63
	Cr	9	63
2	Fe	7	49
	Ni	8	56
	Cr	9	63
3	Fe	9	63
	Ni	6	42
	Cr	6	52

对数据进行重复性限和再现性限数理统计，结果如表 19 所示：

表 19 精密度数据统计

样品编号	元素	平均值	S <sub>L</sub>	S <sub>R</sub>	S <sub>r</sub>	r	R
1	Fe	0.0119	0.00060	0.00064	0.00023	0.00066	0.0018
	Ni	0.00532	0.00018	0.00023	0.00015	0.00043	0.00066
	Cr	0.00547	0.00022	0.00026	0.00014	0.0004	0.0008
2	Fe	0.0521	0.00045	0.00091	0.00080	0.0023	0.0026
	Ni	0.0510	0.00018	0.00069	0.00066	0.0018	0.0020
	Cr	0.0508	0.00096	0.00123	0.00078	0.0022	0.0035
3	Fe	0.413	0.00848	0.0101	0.0055	0.016	0.028
	Ni	0.162	0.00187	0.00370	0.00320	0.0090	0.010
	Cr	0.248	0.00247	0.00648	0.00599	0.016	0.018

#### 四、标准中涉及的专利情况

本文件不涉及专利问题。

#### 五、标准预期达到的社会效益等情况

##### 5.1 标准编写的目的和意义

锂是《全国矿产资源规划（2016~2020 年）》确立的 24 种战略性矿产之一，是新能源电池产业发展的关键材料。锂硅合金粉主要用于发射导弹、火箭、炮弹的配套动力电源热电池的负极材料。用锂硅合金作负极材料的热电池，较钙系、镁系热电池体系有着大功率放电、高比能量、激活迅速、贮存期长及结构紧凑等优点。作为下一代锂金属电池的关键

负极材料之一，锂金属因为其极大的比容量（3860mAh/g）受到了业界广泛的关注。由于其优异的性能，已被指定为众多重点型号电池必用材料。有研科技集团从上世纪就开始了该材料的合成工艺研究，是国内首家合成该产品的单位，目前已经解决了产品合成和加工过程中的关键技术难题，具备了稳定批产的条件，产品质量经用户单位测试性能优良。研究表明，锂硅合金的理化性能与其化学成分之间有着密切联系。锂元素是锂硅合金的主要成分，直接影响了电池的放电电压和综合性能。

目前，锂硅合金的产品标准 YS/T 829-2012《电池级锂硅合金》已发布并实施，其中规定了 Li 的含量范围为  $44 \pm 2\%$ 。在国内有色金属行业，还缺少一整套针对锂硅合金中主量、微量化学元素的测试标准。为了保证锂硅合金批量生产的质量、规范锂硅合金产品市场、确保国防军工产品的质量稳定性，满足行业对锂硅合金研发、生产和检测的需求，十分有必要制订包括锂硅合金的分析方法标准。本标准分析方法填补了国内空白，是首次制定。

## 5.2 标准预期的作用和效益

本文件充分考虑了目前国内锂硅合金生产、研发、应用和检测的实际技术水平。本文件颁布执行后，将在国内形成对锂硅合金化学成分的统一的分析测试标准，对于增加各机构检测数据之间的可靠性和可比性，助力我国锂硅合金产业的发展发挥着十分重要的作用。

## 六、采用国际标准和国外先进标准的情况

本文件为我国首次制定。经查询，本文件与国内外现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

## 七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。标准涉及内容全面、条款详细、在编制过程中吸纳了国内相关先进技术，能够与现行产品标准 YS/T 829-2012《电池级锂硅合金》配套使用，整体达到国内先进水平。

## 八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

## 九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议本标准为推荐性行业标准，供相关组织参考采用。

#### **十、贯彻标准的要求和措施建议**

建议向锂硅合金研发、生产、销售、检测的相关企业和单位积极贯彻本标准的内容。

#### **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

《锂硅合金化学分析方法 第2部分：铁、  
镍、铬含量的测定 电感耦合等离子体  
原子发射光谱法》编制组

2022年9月