

国家标准  
锂离子电池正极材料检测方法 晶体结构的  
测定 X 射线衍射法

编  
制  
说  
明

(讨论稿)

广东邦普循环科技有限公司

2025 年 2 月

# 国家标准《锂离子电池正极材料检测方法 晶体结构的测定 X 射线衍射法》编制说明

## 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 2024 年第一批推荐性国家标准计划和推荐性国家标准外文版计划（国标委发〔2024〕16 号）的文件，国家标准《锂离子电池正极材料检测方法 晶体结构的测定 X 射线衍射法》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 20240596-T-610，项目计划完成年限为 2025 年。

## 2.主要参加单位和工作成员及其所作的工作

### 2.1 起草单位简介

广东邦普循环科技有限公司创立于 2005 年，位于广东佛山三水工业园区（国家高新技术开发区），总注册资本 13274.06892 万元人民币。邦普循环具有七大生产基地，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。广东邦普循环拥有国家企业技术中心、新能源汽车动力电池循环利用国家地方联合工程研究中心、电化学储能技术国家工程研究中心邦普分中心、中国合格评定国家认可委员会（CNAS）认证的测试验证中心、广东省电池循环利用企业重点实验室等科研平台。

### 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的检测方法，对比分析，结合检测中心的测试方法，确定了锂离子电池正极材料检测方法 晶体结构的测定 X 射线衍射法，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 X 射线衍射分析测试工程师、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。标准编制组单位有广东邦普循环科技有限公司、贵州振华新材料有限公司、深圳市德方纳米科技有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、四川省产品质量监督检验检测院、湖北万润新能源科技股份有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、江西省锂电产品质量监督检验中心、浙江华友钴业股份有限公司.....

一验单位四川省产品质量监督检验检测院、湖北万润新能源科技股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、贵州振华新材料有限公司、宜春市锂电产业研究院（江西省锂电产品质量监督检验中心）、深圳市德方纳米科技股份有限公司对试验报告中的工艺参数进行验证，提供一验报告。

二验单位紫金矿业集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、合肥国轩高科动力能源公司、中伟新材料股份有限公司、金川集团、国联汽车动力电池研究院有限责任公司.....对试验报告中的条件试验进行验证工作，提供二验报告。

其中样品提供单位为：广东邦普循环科技有限公司、宜春锂电产业研究院、贵州振华新材料有限公司、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、深圳市德方纳米科技股份有限公司。

### 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
徐加雷、崔璠	负责样品收集、标准文本起草、标准编制说明撰写，意见汇总处理，参加标准讨论和审定会议

## 3 主要工作过程

### 3.1 立项阶段

2024 年 3 月 25 日，国家标准化管理委员会下达 2024 年第一批推荐性国家标准计划和推荐性国家标准外文版计划（国标委发〔2024〕16 号）的文件，国家标准《锂离子电池正极

材料检测方法 晶体结构的测定 X 射线衍射法》立项成功。

### 3.2 起草阶段

2024 年 6 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、宁德新能源科技股份有限公司、深圳市德方纳米科技股份有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、湖北常远锂科股份有限公司、北京当升材料科技股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、格林美股份有限公司、巴斯夫杉杉材料有限公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、宁波容百新能源科技股份有限公司、济宁无界科技有限公司、蜂巢能源科技（无锡）有限公司、国标（北京）检验认证有限公司等单位参加了会议，会议对《锂离子电池正极材料检测方法 晶体结构的测定 X 射线衍射法》进行了任务落实。

2024 年 7 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 X 射线衍射检测工作人员组成，根据产品的性质及试验结果，形成了标准讨论稿。

2024 年 8 月，标准编制组向各参编单位发送标准调研表，对标准中涉及的参数和关键测试方法开展了调研。反馈调研表并有建议或意见的单位数 XX 个。调研结果如下：

表 2 参编单位的标准文本调研情况

序号				

2025 年 2 月~4 月，本编制组将试验报告连同样品统一寄给各验证单位，开展验证试验。

### 3.3 征求意见阶段

### 3.4 审查阶段

.....

### 3.5 报批阶段

.....

## 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锂离子电池正极材料的检测现状和要求，既能满足检测材料晶体结构的要求，又能简洁易行，降低成本，可操作性强。

## 三、 确定标准主要内容的依据

### 3.1 标准范围的确定

本文件规定了X射线衍射法进行锂离子电池正极材料晶体结构测定的试剂和材料、仪器设备、测试原理、试验步骤、实验数据处理和试验报告。

本文件适用于镍钴锰酸锂、磷酸铁锂、钴酸锂等锂离子电池正极材料的晶体结构分析。

### 3.2 规范性引用文件

在标准的编制过程中，工作组成员查阅了大量的标准及文献资料，根据文本内容的编制需要，对下列文件进行了规范性引用：

GB/T 30904 无机化工产品 晶型结构分析 X 射线衍射法

JY/T 0587 多晶体 X 射线衍射方法通则

### 3.3 术语和定义的确定

为了更好的理解和实施本标准，确定了如下术语定义。

#### 3.3.1 扫描速度 scanning speed

探测器在测角仪圆周上均匀转动的角速度

#### 3.3.2 步长 step angle

衍射谱中每个相邻衍射角度数据点的间距为步长。

### 3.4 试剂和材料

试剂和材料章节规定了本文件内需要用到的各种试剂和材料清单，所述试剂和材料按照其在本文中出现的先后顺序罗列。

### 3.5 测试原理

测试原理章节规定了本文件采用 X 射线衍射法进行晶体结构测定的原理。

X 射线是一种波长很短（约 0.01-10nm）的电磁波。通常由 X 射线发生器产生，通过高速电子撞击靶材（如铜靶、钼靶等），使电子的动能转化为 X 射线的能量而发射出 X 射线。这些 X 射线具有强穿透性和特定的波长范围，适用于晶体结构分析。当 X 射线照射到晶体上时，晶体中的原子会与 X 射线发生相互作用。原子中的电子会受到 X 射线电场的作用而产生受迫振动，振动的电子会向四周辐射与入射 X 射线频率相同的电磁波，这种现象称为散射。对于特定的晶面族（hkl），当满足布拉格定律时，散射波会发生相长干涉，产生强的衍射峰。

X射线穿过晶体时会发生衍射现象，其衍射花样与晶体的有序结构相关，反应晶体结构的规律性，晶面间距与X射线波长符合布拉格公式，见式（1）。

$$2d_{hkl}\sin\theta_{HKL} = n\lambda \quad (1)$$

式中：

$d_{hkl}$  ——干涉晶面（hkl）的面间距；

$n$  ——衍射级数（ $n=1, 2, 3, \dots$ ）；

$hkl$  ——衍射指数；

$\theta_{hkl}$  ——hkl衍射的布拉格角， $2\theta$ 称为衍射角；

$\lambda$  ——入射X射线波长。

### 3.6 分析方法原理

分析方法原理章节规定了本文件内进行物相定性分析和晶胞参数测定的原理。

在6.1节给出了物相的定性分析原理。通过对待分析样品的X射线衍射谱图（峰位、强度、元素组成）检索匹配与粉末衍射数据库的PDF标准卡片进行对比分析，确定其物相组成和成分。确定为某物相的判据可参考为：

- a) 待分析样品的 X 射线衍射谱图的峰位与 PDF 标准卡片的峰位匹配。
- b) 待分析样品的 X 射线衍射谱图中衍射峰的  $I/I_0$  与 PDF 标准卡片中衍射峰的  $I/I_0$  大致相同。

每种晶体材料都有独特的晶体结构，其衍射峰位（ $2\theta$ 角）由晶面间距（ $d$ 值）决定，而  $d$ 值与晶胞参数相关。因此，不同物相的衍射峰位是独特的。峰位匹配是物相鉴定的首要条

件。通常允许峰位有微小偏差（如 $\pm 0.02^\circ$ ），这是由于实验条件或仪器误差引起的。衍射峰的相对强度（ $I/I_0$ ，其中  $I_0$  为最强峰的强度）由晶体结构因子决定，不同物相的衍射峰强度分布也是独特的。因此，结合峰位、强度和元素组成信息，最终确定样品中的物相组成。

在 6.2 节给出了晶胞参数的测定原理。根据布拉格公式，当入射 X 射线波长一定时，衍射峰位  $2\theta$  由  $d_{hkl}$  决定， $d_{hkl}$  是晶胞参数的函数，根据 XRD 衍射谱中的峰位进行指标化，确定晶系并计算晶胞参数。晶胞参数描述了晶体的基本结构单元的大小和形状，对于不同的晶系（如立方晶系、四方晶系、正交晶系等），晶面间距与晶胞参数（如边长  $a$ 、 $b$ 、 $c$  以及夹角  $\alpha$ 、 $\beta$ 、 $\gamma$ ）之间有特定的数学表达式。根据 XRD 衍射谱中的峰位，确定每个衍射峰对应的晶面指数，通过对衍射峰进行指标化，可以得到不同晶面的衍射信息。根据指标化的结果和衍射峰的特征，可以判断样品所属的晶系。

计算晶胞参数：在确定了晶系和各衍射峰的晶面指数后，结合布拉格公式和晶面间距与晶胞参数的关系，就可以计算出晶胞参数。

### 3.7 仪器设备

仪器设备章节规定了本文件试验步骤中需要用到的各种仪器和设备组成清单，所述仪器和设备按照其在本文出现的先后顺序罗列，对于仪器和设备主要给出了潜在影响实际试验效果的关键参数要求。

### 3.8 环境条件的确定

环境条件章节规定了本文件所用的仪器设备应至少能在下列环境下正常工作，确保仪器性能、测量精度和设备寿命。

- a) 环境温度为  $20^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ ；
- b) 相对湿度为 30%~80%；
- c) 电源电压为  $220\text{ V} \times (1 \pm 10\%)$ ；
- d) 电源频率为  $50\text{ Hz} \pm 1\text{ Hz}$ ；
- e) 电源容量不低于整机额定功率的2倍；
- f) 设置接地电阻，宜不大于  $4\Omega$ ；
- g) 不与具有高频和电弧干扰的设备共用线路；
- h) 冷却水使用二级纯水；
- i) 清洁环境，不应有易燃和腐蚀性气体、粉尘及其他污染性颗粒。

### 3.9 试验步骤的确定

试验步骤章节规定了本文件中 X 射线衍射法进行锂离子电池正极材料晶体结构测定的

步骤及测试要求，是本文件的核心章节。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具体参数的条款，本章节给出了合理的范围并规定操作流程。

在9.2样品制备一节，规定了样品的一般要求和粉末样品制备。对于锂离子正极材料这类粉末材料，根据企业实际操作并结合调研结果，在测试前将样品在玛瑙研钵中进行研磨，并过400目筛网收集过筛后的样品进行测试，粉末样品应平铺于样品台凹槽内，以填满凹槽为准，并进行压实刮平，确保形成一个平整的样品面。将粉末样品平铺、压实刮平，有助于使晶粒在样品中均匀分布，减少晶粒在某一方向上的择优取向，避免因择优取向导致某些晶面的衍射强度异常增强或减弱，使衍射图谱更全面、准确地反映样品的物相信息。压实刮平的平整样品面能使衍射峰的峰形更加尖锐、对称，提高分辨率，有利于区分相邻的衍射峰，准确测定衍射峰的位置、强度和宽度等参数。这对于精确分析样品的晶体结构、确定晶相组成以及进行定量分析等都非常关键。

由于指标化只需要衍射峰的峰位信息，因此在采集XRD谱图时需要尽可能地收集包含全部峰位的 XRD 谱图，并提高谱图的信噪比。因此在9.3样品测试一节，根据企业实际操作并结合调研结果，规定了采用X射线衍射法进行锂离子电池正极材料晶体结构测定时宜选择的扫描范围、扫描速度和步长，在确保获得高质量的X射线衍射谱图的前提下，提高测试效率。

规定了扫描范围宜选择 $10^{\circ}$ – $90^{\circ}$ ，也可根据实际测试需求选择合适的扫描范围。大多数晶体材料的主要衍射峰通常出现在  $10^{\circ}$ – $90^{\circ}$  这个范围内。在这个角度区间内，可以获得丰富的晶体结构信息，包括不同晶面的衍射峰，从而能够进行有效的物相鉴定和结构分析。

规定了扫描速度宜选择  $2^{\circ}/\text{min}$ – $10^{\circ}/\text{min}$ ，步长宜选择  $0.02^{\circ}$ ，可依据测试精度和测试效率自行调整。扫描速度过快，可能会导致探测器无法准确记录衍射信号，使衍射峰的强度和位置出现偏差，数据质量下降。而扫描速度过慢，虽然可以获得更准确的数据，但会大大增加测试时间，降低测试效率。 $2^{\circ}/\text{min}$ – $10^{\circ}/\text{min}$  的扫描速度范围在大多数情况下能够在保证数据质量的前提下，实现较高的测试效率。步长决定了在扫描过程中采集数据的精细程度。步长为  $0.02^{\circ}$  时，能够在保证足够分辨率的情况下，获得较为连续和完整的衍射图谱，可以准确地捕捉到衍射峰的形状、位置和强度变化，

### 3.10 试验数据处理的确

试验数据处理章节给出了物相定性分析和计算晶胞参数的具体过程步骤。

晶面间距和晶胞参数间的关系是确定各衍射晶面的衍射指标的基本依据，从而可以识别晶相所归属的晶系，并获得其结构对称性的一些信息。指标化的方法一般有图解法、分



析法和程序计算分析法。图解法在早期的多晶衍射图指标化中发挥过一定的作用，但现已不再使用，目前大量使用的是计算机计算指标化方法。当前，指标化软件也很多，所用的算法大同小异，都是利用面网间距公式和布拉格公式，将所有可能的  $hkl$  进行计算，求出一系列相应的  $d$  值或  $\sin^2 \theta_{hkl}$  值，与多晶图上所有衍射线的  $d$  值或  $\sin^2 \theta_{hkl}$  值进行对比，从而得到各衍射线的指数。由于目前厂家所用的指标化软件不一，每个指标化软件操作流程也不一样，本文件只简单介绍了指标化的一般步骤。

### 3.11 试验报告的确定

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。

## 3.12 锂离子电池正极材料检测方法 晶体结构的测定 X 射线衍射法的验证

### 3.12.1 本标准验证的工艺参数

在本标准中，对待测样品采用控制变量法分别控制扫描速度和步长进行 X 射线衍射测试。控制变量法（测试参数）为见表 1：

表 1 控制变量法（测试参数）

扫描速度	步长
2° /min	0.02°
5°/min	
10°/min	
15°/min	
5°/min	0.01°
	0.02°
	0.03°
10°/min	0.01°
	0.02°
	0.03°

### 3.12.2 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来自3家不同厂家的样品，于2月发送至各验证单位，并将各参与单位分组进行不同测试参数下X射线衍射测试的验证工作，验证本文件工艺参数的合理性。

于2025年3月以及测试方法的重复性和再现性。目前，已收到.....

## 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

锂离子电池凭借其高能量密度、优良的循环性能、较小的环境污染风险以及无记忆效应等优势，在消费数码电子产品、电化学储能系统及新能源汽车等多个领域得到了广泛应用。在众多正极材料中，镍钴锰酸锂（NCM）、磷酸铁锂（LFP）和钴酸锂等是最为常见的几种类型。这些材料各自独特的晶体结构直接决定了它们的电化学性能表现。

具体来说，层状结构的镍钴锰酸锂拥有二维锂离子扩散通道，这使得它能够在充放电过程中脱出和嵌入更多的锂离子，从而支持快速充电和放电过程。然而，这一特性也是一把双刃剑：在经历多次锂离子的嵌入与脱出后，原本有序的层状晶型会逐渐转变为无序结构，导致晶格严重变形，进而影响了镍钴锰酸锂材料的长期循环稳定性。相比之下，磷酸铁锂得益于其稳定的橄榄石晶体结构，在反复充放电过程中体积变化仅为 6.81%，展现出卓越的电化学稳定性和较长的使用寿命。但这种橄榄石结构限制了锂离子只能沿着一维通道扩散，限制了磷酸铁锂在倍率性能和低温环境下的性能，即在需要快速充放电的情况下表现不如人意。

因此，为了提升锂离子电池正极材料的整体电化学性能，从晶体结构层面进行改进显得尤为重要。通过精确测量和分析这些材料的晶体结构，计算晶胞参数，可以更深入地理解其内部机制，从而指导材料设计与优化，以满足不同应用场景下的特定需求。准确掌握正极材料的晶体结构不仅有助于解决现有材料的局限性，还为开发新型高性能电池材料提供了理论基础和技术路径。这种方法能够促进电池技术的发展，推动各应用领域的持续进步。

为了避免因测试方法和分析方法不同导致对产品分析结果发生纠纷，减少贸易摩擦，提高锂离子电池正极材料晶体结构测定的准确性和可靠性，必须制定统一、规范的锂离子电池正极材料晶体结构的测定——X 射线衍射法。

#### 4.1.2 产品标准无配套晶体结构的测定方法标准

产品标准。YS/T 798-2012《镍钴锰酸锂》、YS/T 1027-2015《磷酸铁锂》、GB/T 20252-2014《钴酸锂》、YS/T 677-2016《锰酸锂》等各类正极材料产品标准都规定了晶体结构需要符合标准谱图，但是对于如何进行材料的物相分析得到晶体结构，以及材料的晶胞参数的测

定还无配套的测试方法标准。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，必须对锂离子正极材料晶体结构的测定进行规范和统一。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做出工艺、配方改进等技术创新以及原料选择等生产管理决策。

## 4.2 标准制定的可行性

据调查，国内已有多家企业使用 X 射线衍射法测定锂离子电池正极材料的晶体结构，并且将锂离子电池正极材料的 X 射线衍射谱图通过指标化处理计算晶胞参数，通过晶胞参数来反映正极材料的晶体结构，评估锂离子电池正极材料的在微观层面上的结构有序度或锂离子扩散通道的长度、宽度，这些都会直接影响正极材料的电学性能。目前该方法的标准缺失，亟需统一和规范，且值得推广。

## 4.3 标准预期产生的经济效益和社会效益

本标准的制定规范了锂离子电池正极材料晶体结构的测定方法，完善了锂离子电池正极材料配套的晶体结构分析方法标准。使得锂离子正极材料生产企业、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

建议作为推荐性国家标准。

## 九、贯彻标准的要求和措施建议

由于本标准反映了采用 X 射线衍射法测定锂离子正极材料的晶体结构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。

《锂离子电池正极材料检测方法 晶体结构的  
测定 X 射线衍射法》标准编制组

二〇二五年二月