



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX—XXXX

磷酸钛铝锂 (讨论稿)

Lithium aluminum titanium phosphate

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照 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。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：北京当升材料科技股份有限公司、深圳市贝特瑞新能源技术研究院有限公司、天津国安盟固利新材料科技有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、厦门固钠新能源材料股份有限公司、深圳市德方创域新能源科技有限公司、桂林电子大学等。

本文件主要起草人：

磷酸钛铝锂

1 范围

本文件规定了固态电解质磷酸钛铝锂的产品分类、技术要求、试验方法、标志、包装、运输、贮存、随行文件及订货单内容。

本文件适用于锂离子电池用固态电解质磷酸钛铝锂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 5211.6 颜料和体质颜料通用试验方法 第6部分：水悬浮液 pH 值的测定

GB/T 5314 粉末冶金用粉末 取样方法

GB/T 19077 粒度分布 激光衍射法

GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 30904 无机化工产品 晶型结构分析 X 射线衍射法

GB/T 41704—2022 锂离子电池正极材料检测方法 磁性异物含量和残余碱含量的测定

GB/T 45330—2025 锂离子电池正极材料 水分含量的测定 卡尔费休库伦法

YS/T 1006.2—XXXX 镍钴锰酸锂化学分析方法 第2部分：多元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

JCPDS (35-0754) 磷酸钛锂X射线粉末衍射标准图谱

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 产品分类

根据产品中铝的摩尔百分比和 D_{50} 的大小将产品分为 Al3-nm、Al3- μm 、Al5-nm、Al5- μm ，产品的分类如表 1 所示。

表 1

磷酸钛铝锂种类（以 Al mol%区分）			
Al3-nm	Al3- μm	Al5-nm	Al5- μm

5 产品分类

5.1 化学成分

产品的化学成分应符合表 2 的规定。

表 2

化学成分		A13-nm	A13- μm	A15-nm	A15- μm
主元素含量 质量分数/ (%)	Li	2.0~2.6		2.6~3.0	
	Al	1.4~3.0		2.8~4.5	
	Ti	18.0~21.5		17.0~20.0	
	P	21.0~24.5		24.5~25.0	
掺杂元素含量 质量分数/ (%)	掺杂元素 M ¹	0.05~1.5			
杂质元素含量 质量分数/ (%)	Na	≤ 0.05			
	Ca	≤ 0.01			
	Cu	≤ 0.005			
	Zn	≤ 0.005			
	Fe	≤ 0.005			
	S	≤ 0.15			
1 掺杂元素 M 包括镁、锶、钡、铬、钛、锌、铌、钙中的一种或几种，单个掺杂元素含量为 0.05~0.5%，掺杂元素含量总和应不大于 1.5%。					

5.2 水分含量

产品的水分含量应符合表 3 的规定。

表 3

水分含量/ %	A13-nm	A13- μm	A15-nm	A15- μm
	≤ 2.5	≤ 0.2	≤ 2.5	≤ 0.2

5.3 磁性异物

产品的磁性异物含量应不大于 0.00005%。

5.4 残余碱含量

产品中氢氧化锂含量应不大于 0.4%、产品中碳酸锂含量应不大于 0.4%。

5.5 pH 值

产品的 pH 值应为 5.0~8.0。

5.6 外观质量

产品的外观应为白色粉末，颜色均一，无结块，无夹杂物。

5.7 晶体结构

产品的晶体结构应符合 JCPDS 标准 (35-0754)。

5.8 粒度分布

产品的粒度分布应符合表4的规定。

表 4

粒度分布 /(μm)	A13-nm	A13- μm	A15-nm	A15- μm
	<1.0	1.0~10	<1.0	1.0~10

5.9 比表面积

产品的比表面积应符合表5的规定。

表 5

比表面积 /(m^2/g)	A13-nm	A13- μm	A15-nm	A15- μm
	≥ 10	0.5~10	≥ 10	0.5~10

5.10 离子电导率

产品的离子电导率应不小于 10^{-4} S/cm。

5.11 电子电导率

产品的电子电导率应不大于 10^{-8} S/cm。

6 试验方法

6.1 化学成分

产品化学成分的测定按附录 A 或供需双方协商认可的方法进行。

6.2 水分含量

产品的水分测定按 GB/T 45330—2025 的规定进行。

6.3 磁性异物

产品中的磁性异物含量测定按 GB/T 41704—2022 中 4.1 的规定进行，其中磁性异物的含量为铁、铬、镍、锌的含量之和。

6.4 残余碱含量

产品的残余碱含量的测定按 GB/T 41704-2022 的规定进行。

6.5 pH 值

产品pH值的测定按GB/T 5211.6的规定进行。

6.6 外观质量

产品的外观质量用目视观察。

6.7 晶体结构

产品的晶体结构用X射线衍射仪检测。

6.8 粒度分布

产品粒度分布的测定按GB/T 19077的规定进行。

6.9 比表面积

产品比表面积的测定按GB/T 19587的规定进行。

6.10 离子电导率

产品离子电导率的测定按供需双方协商认可的规定进行。

6.11 电子电导率

产品电子电导率的测定按供需双方协商认可的规定进行。

7 检验规则

7.1 检查与验收

7.1.1 产品应由供方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定，并填写随行文件。

7.1.2 需方应对收到的产品按照本文件订货单的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，应在收到产品之日起3个月内以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样在需方共同进行。

7.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一生产周期生产的同一类型的产品组成，每批重量不超过5t。需方有特殊要求时，双方可协商确定。

7.3 检验项目及取样

7.3.1 检验分类

本文件规定的产品检验分为：

- a) 逐批检验；
- b) 周期检验。

7.3.2 逐批检验

每批产品出厂前进行检验。

7.3.3 周期检验

周期检验在正常生产情况下，在确定的周期内应进行1次，周期检验宜为每月一次，需方有特殊要求时，可双方协商确定。当原材料或生产工艺发生重大变化时或长期停产后恢复生产时应对所有项目进行检验。

7.3.4 逐批检验和周期检验的项目及取样数量

逐批检验和周期检验的项目及取样数量见表6

表 6 逐批检验和周期检验的项目及取样数量

检验项目	取样规定	取样数量	要求的章条号	试验方法的章条号	检验类别
化学成分	产品的取样按 GB/T 5314 的规定进行，每 批取样总量 应不少于 4kg	每批 1 份	5.1	6.1	逐批检验
水分含量		每批 1 份	5.2	6.2	逐批检验
磁性异物		每批 1 份	5.3	6.3	逐批检验
残余碱含量		每批 1 份	5.4	6.4	逐批检验
pH 值		每批 1 份	5.5	6.5	逐批检验
外观质量		逐桶（袋）	5.6	6.6	逐批检验
晶体结构		每批 1 份	5.7	6.7	周期检验
粒度分布		每批 1 份	5.8	6.8	逐批检验
比表面积		每批 1 份	5.9	6.9	逐批检验
离子电导率		每批 1 份	5.10	6.10	逐批检验
电子电导率		每批 1 份	5.11	6.11	逐批检验

7.4 检验结果判断

7.4.1 产品的化学成分、水分含量、残余碱含量、磁性异物、粒度分布、晶体结构、pH 值、比表面积、离子电导率、电子电导率的检验有一项不合格，判该批产品不合格。

7.4.2 产品的外观质量检验不合格，判该桶（袋）产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存和随行文件

8.1 标志

产品外包装应有商标以及标签，其上标明：

- a) 供方名称和地址；
- b) 产品名称；
- c) 种类；
- d) 批号；
- e) 净重；
- f) 防潮字样或标志；
- g) 本文件编号；
- h) 生产日期。

8.2 包装

产品用铝塑袋包装，抽真空热塑密封后装入外包装桶/袋中。也可按需方要求，协商确定包装方式。

8.3 运输和贮存

产品可用各种方式运输，但应避免损坏包装，使产品受潮。产品应放于无腐蚀的环境中，避免受潮。产品自生产之日起，保质期为一年。

8.4 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或生产日期外，还宜包括：

- a) 产品质量保证书
 - 产品的主要性能及技术参数；
 - 产品特点（包括制备工艺及原材料的特点）；
 - 产品获得的质量认证及质量部门检印的各项分析检测结果。
- b) 产品合格证：
 - 检验项目及结果和检验结论；
 - 批号；
 - 生产日期；
 - 检验日期；
 - 检验员签名或盖章；
 - 包装、贮存要求。
- c) 其他。

9 订货单内容

订购本文件所列产品的订货单内容应包括以下内容：

- a) 产品名称；
- b) 种类；
- c) 批号；
- d) 净重和件数；
- e) 化学成分及物理性能的特殊要求；
- f) 本文件编号；
- g) 其他。

附录 A

(规范性)

磷酸钛铝锂化学分析方法 锂、铝、钛、磷、铁、铜、铬、锌、镁、钠、钾、钙、硅、锆量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法测方法

A.1 方法原理

称取适量试样，用硝酸、盐酸、氢氟酸在微波消解仪中高温消解，采用电感耦合等离子体发射光谱仪，测定各元素的激发强度，根据标准曲线计算出各元素的含量。

A.2 试验条件

实验室环境温度：(23±5)℃，湿度：≤80%RH。

A.3 试剂和材料

除非另有说明，本部分所用试剂均为优级纯及以上纯度的试剂，所用水符合GB/T 6682规定的二级及二级以上纯度的水。

A.3.1 盐酸： $\rho=1.19$ g/mL。

A.3.2 硝酸： $\rho=1.42$ g/mL。

A.3.3 氢氟酸： $\rho=1.13$ g/mL。

A.3.4 锂元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.5 铝元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.6 钛元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.7 磷元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.8 铁元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.9 铜元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.10 铬元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.11 锌元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.12 镁元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.13 钠元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.14 钾元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.15 钙元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.16 锆元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.17 硅元素标准溶液，有证标准物质或根据纯金属制备，浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.3.18 混合储备液 A 的配制：分别移取 1.00 mL 锂、铝元素标准溶液 (A.3.4~A.3.5) 和 10.00 mL 钛、磷元素标准溶液 (A.3.6~A.3.7)，置于 100 mL 塑料容量瓶中，加 4 mL 硝酸 (A.3.2)，1 mL 氢氟酸 (A.3.3)，用水稀释至刻度，摇匀。保存期限为 3 个月。此溶液 1 mL 含 10 μg 锂、铝，100 μg 钛、磷。

A.3.19 混合储备液 B 的配制：分别移取 1.00 mL 铁、铜、铬、锌、镁、钠、钾、钙、锆元素标准溶液 (A.3.8~A.3.16)，置于 100 mL 塑料容量瓶中，加 4 mL 硝酸 (A.3.2)，1 mL 氢氟酸 (A.3.3)，用

水稀释至刻度，摇匀。保存期限为3个月。此溶液1 mL含10 μg铁、铜、铬、锌、镁、钠、钾、钙、锆。

A. 3. 20 储备液C的配制：分别移取1.00 mL硅元素标准溶液（A.3.17），置于100 mL塑料容量瓶中，加4 mL硝酸（A.3.2），1 mL氢氟酸（A.3.3），用水稀释至刻度，摇匀。保存期限为3个月。此溶液1 mL含10 μg硅。

A. 3. 21 校准溶液A的配制：分别移取1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 mL混合储备液A（A.3.18），置于100 mL塑料容量瓶中，加4 mL硝酸（A.3.2），1 mL氢氟酸（A.3.3），用水稀释至刻度，摇匀。保存期限为1个月。此溶液1 mL含0.1/0.2/0.4/0.6/0.8 μg锂、铝及1/2/4/6/8 μg钛、磷。

A. 3. 22 校准溶液B的配制：分别移取0.20、1.00、5.00、10.0、20.0 mL混合储备液B（A.3.19），置于100 mL塑料容量瓶中，加4 mL硝酸（A.3.2），1 mL氢氟酸（A.3.3），用水稀释至刻度，摇匀。保存期限为1个月。此溶液1 mL含0.02/0.1/0.5/1/2 μg铁、铜、铬、锌、镁、钠、钾、钙、锆。

A. 3. 23 校准溶液C的配制：分别移取0.20、1.00、5.00、10.0、20.0 mL储备液C（A.3.20），置于100 mL塑料容量瓶中，加4 mL硝酸（A.3.2），1 mL氢氟酸（A.3.3），用水稀释至刻度，摇匀。保存期限为1个月。此溶液1 mL含0.02/0.1/0.5/1/2 μg硅。

A. 3. 24 氩：体积分数≥99.999%。

A. 4 仪器和设备

A. 4. 1 天平：最小分度值0.1 mg。

A. 4. 2 电感耦合等离子体发射光谱仪：具备耐氢氟酸进样系统。在仪器最佳工作条件下凡是能达到下列指标者均可使用：

A. 4. 3 光源：氩等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.30 kW；

A. 4. 4 分辨率：200 nm时光学分辨率（波长间的最小分辨间隔）不大于0.010 nm；400 nm时光学分辨率不大于0.020 nm；

A. 4. 5 仪器稳定性：仪器1 h内设备校正溶液（锰含量为5 μg/mL）强度变化不大于2.0%。

A. 4. 6 微波消解仪：最高温度不小于200 °C。

A. 5 实验步骤

A. 5. 1 试样

称取0.20 g~0.30 g样品，精确到0.0001 g。

A. 5. 2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

A. 5. 3 空白试验

随同样品做空白试验。

A. 5. 4 分析试液母液的制备

将试样（A.5.1）置于消解罐中，加入6 mL盐酸（A.3.1）、4 mL硝酸（A.3.2）、4 mL氢氟酸（A.3.3），盖紧微波消解罐，加热不低于180 °C 30分钟。待试样料溶解后，取下，冷却，用水洗涤表面皿及杯壁，移入100 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.5.5 分析试液稀释液的制备

移取1.00 mL分析试液母液(A.5.4)于100 mL塑料容量瓶中,加4 mL硝酸(A.3.2),1 mL氢氟酸(A.3.3)用水稀释至刻度,摇匀。

A.5.6 测定

将校准溶液引入电感耦合等离子体发射光谱仪,根据试验所选仪器的最佳测定条件,在选定的波长处,测定系列工作曲线溶液中各元素的发射强度,当工作曲线线性相关系数 ≥ 0.9995 时,即可进行分析试液的测定,根据光谱强度和浓度的关系,计算机自动给出各元素的质量浓度。其中锂、铝、钛、磷采用分析试液稀释液进行测定,铁、铜、铬、锌、镁、钠、钾、钙、锆、硅采用分析试液母液进行测定。各元素推荐分析波长见表A.1。

表 A.1 各元素推荐的分析线波长

元素	分析线波长/nm
锂 (Li)	670.783
铝 (Al)	396.152
钛 (Ti)	334.941
磷 (P)	213.618
铁 (Fe)	238.204
铜 (Cu)	327.395
铬 (Cr)	267.716
锌 (Zn)	206.200
镁 (Mg)	285.213
钠 (Na)	589.592
钾 (K)	766.491
钙 (Ca)	396.847
硅 (Si)	251.611
锆 (Zr)	343.823

A.6 结果计算及数据处理

A.6.1 结果计算

各元素含量以质量分数 ω_x 计,单位%,按式(A.1)计算:

$$\omega_x = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

ρ ——试液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——空白试验溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试液测定体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——试样的质量，单位为克（ g ）。

A. 6.2 数据处理

平行做两份试验，取两次结果的平均值。结果按GB/T 8170的规定保留4位有效数字。

A. 7 精密度

A. 7.1 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，在表A.2给出的平均值范围内，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A.2数据采用线性内插法或外延法求得。

表 A.2 重复性限

$\omega/\%$	$r/\%$
$0.001 \leq \omega \leq 0.01$	0.002
$0.01 < \omega \leq 0.2$	0.02
$0.2 < \omega \leq 1.0$	0.08
$1 < \omega \leq 10.0$	0.8
$10.0 < \omega \leq 30.0$	1.5

A. 7.2 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，在表A.3给出的平均值范围内，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A.3数据采用线性内插法或外延法求得。

表 A.3 再现性限

$\omega/\%$	$r/\%$
$0.001 \leq \omega \leq 0.01$	0.003
$0.01 < \omega \leq 0.2$	0.03
$0.2 < \omega \leq 1.0$	0.1
$1 < \omega \leq 10.0$	1.0
$10.0 < \omega \leq 30.0$	2.0

A.8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 样品名称及标识；
 - b) 样品的质量；
 - c) 测试日期；
 - d) 依据的标准；
 - e) 结果及其表示。
-