

三元材料中残碱测试的影响因素探究，提高测试结果的准确性

马秀秀，张琳，张钰

(万华化学(四川)电池材料科技有限公司，四川眉山 620000)

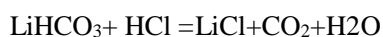
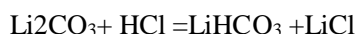
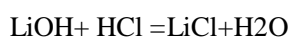
摘要：残碱是三元正极材料生产过程中的重要指标，采用自动电位滴定仪分析三元材料中残碱含量。残碱测试的影响因素很多，空气中的 CO₂ 对残碱测试的影响最大，随着水温度的升高，残碱含量升高，在测试过程中要严格控制水温。搅拌后需要立即过滤到烧杯中，避免长时间静置导致残碱测试结果偏高，提高了测试的准确性，更好的服务于生产。

关键字：自动电位滴定仪 LiOHLi₂CO₃ 温度

中图分类号：TM912.9

文献标志码：A

1 实验原理



2 实验器具

器具：自动电位滴定仪瑞士万通 905 真空抽滤泵 DP-01

磁力搅拌器 WH-610D 过滤膜 $\Phi=60\text{mm}$ 0.45 μm

试剂：0.1mol/L 盐酸 纯水 无 CO₂ 水

3 实验方法

使用万分之一电子天平称 5.0000 样品于一次性塑料杯中，记录样品质量；使用百分之一天平称 95.00 纯水，记录纯水质量，加磁子，保鲜膜或封口膜封口，将塑料杯放到磁力搅拌器上，转速 700r/min，搅拌 5min，使用真空泵进行抽滤，将全部滤液倒入干净塑料杯中，盖上保鲜膜或封口膜待用，使用自动电位滴定仪用 0.1mol/L 盐酸的标准溶液滴定，滴定参数见表 1，实验的具体条件见表 2

表 1 自动电位滴定仪滴定

参数名称	参数设置
滴定模式	动态电位滴定
传感器	pH 电极
搅拌速度	6

暂停时间	10s
滴定速度	用户
信号漂移	30mV/min
最小等待时间	3s
最大等待时间	30s
停止体积	20mL
停止测量值	220mV
停止等当点	5
到达等当点后加的体积	0.5mL
等当点识别标准	20
等当点识别	全部

表 2 研究各影响因素时的实验条件

实验 编号	影响因素	水质	温度/°C	滤液敞 口/h	材料敞 口/h	搅拌	
						后静 置/h	保鲜膜 密封/h
		纯水 无 CO ₂					
1	水质	水	25	0	0	0	0
2	温度	纯水	22.5 25 31	0	0	0	0
3	滤液敞口放置时间	纯水	25	0 1 2 3	0	0	0
4	材料敞口放置时间	纯水	25	0	0 1 2 3	0	0
5	搅拌后静置时间	纯水	25	0	0	0 1 2 3	0
6	保鲜膜密封时间	纯水	25	0	0	0	0 1 2 3

4 实验计算

$$\text{Li}_2\text{CO}_3 \text{ (ppm)} = \frac{(V_2 - V_1) \times C_{\text{HCl}} \times 73.89 \times m_{\text{水}}}{m_{\text{滤}} \times m_{\text{样}}} \times 1000$$

$$\text{LiOH(ppm)} = \frac{(2V_1 - V_2) \times C_{\text{HCl}} \times 23.95 \times m_{\text{水}}}{m_{\text{滤}} \times m_{\text{样}}} \times 1000$$

$$\text{残碱Li}_2\text{CO}_3(\text{ppm}) = \text{Li}_2\text{CO}_3(\text{ppm}) + \text{LiOH}(\text{ppm}) \times 1.543$$

5 结果与讨论

5.1 水质的影响选取

三种残碱不同的三元正极材料，按照表 2 中的实验 1 进行测试，测试结果见表 3

表 3 不同水质残碱的测试结果