



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX-202X

磷酸锰铁锂化学分析方法 第1部分 锰含量的测定 电位滴定法

Methods for chemical analysis of lithium ferromanganese phosphate

Part 1: Determination of manganese content

Potentiometric titration method

(草案)

202X-XX-XX 发布

202X-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。

本文件是 GB/T XXXX《磷酸锰铁锂化学分析方法》的第1部分。GB/T XXXX 已经发布了以下部分：

- 第1部分：锰量的测定 电位滴定法
- 第2部分：锰铁比的测定
- 第3部分：碳和硫含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第4部分：铁量的测定
- 第5部分：磷量的测定
- 第6部分：锂量的测定

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、国标(北京)检验认证有限公司、湖北万润新能源科技股份有限公司、北矿检测技术股份有限公司、中国国检测试控股集团股份有限公司、深圳市德方纳米科技股份有限公司、江西赣锋锂业集团股份有限公司、梅特勒托利多科技(中国)有限公司、中科致良新能源材料(浙江)有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、格林美股份有限公司、中伟新材料股份有限公司、湖南长远锂科新能源有限公司、厦门厦钨新能源材料股份有限公司等

本文件主要起草人：XXX

引言

磷酸锰铁锂（LMFP）作为高电压、高安全性锂离子电池正极材料，锰含量是决定材料电压平台、容量及循环稳定性的核心指标，其准确测定对产品研发、生产质控与质量验收至关重要。当前磷酸锰铁锂基体复杂，传统分光光度法、手动滴定法易受基体与色泽影响，ICP 等仪器法成本高且基体匹配要求严苛，缺乏适配性强、精准高效的专用检测方法。为统一检测规范、保障数据可比性与溯源性，满足产业规模化应用需求，制定本文件。本文件确立电位滴定法测定磷酸锰铁锂中锰含量的技术规范，方法抗干扰能力强、准确度高、操作便捷，可有效适配磷酸锰铁锂材料的实际检测场景，为产品质量控制与行业技术交流提供统一依据。

磷酸锰铁锂化学分析方法

第 1 部分 锰含量的测定 电位滴定法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的使用硝酸和高氯酸的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了磷酸锰铁锂中锰含量的测定方法。
本标准适用于锰含量值在14%-32%范围内的磷酸锰铁锂样品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

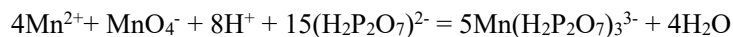
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433 规定的术语适用于本文件。

4 原理

样品用盐酸、硝酸消解，在pH 6.0~7.0的焦磷酸钠溶液介质中，用高锰酸钾标准溶液进行电位滴定，电位突跃点为滴定终点，反应方程式如下：



5 试剂和材料

除非另有说明，本标准所用试剂均为分析纯及以上纯度的试剂，所用水符合GB/T 6682规定的三级及三级以上纯度的水。

- 5.1 盐酸（ $\rho=1.18 \text{ g/mL}$ ）。
- 5.2 盐酸（1+1）。
- 5.3 硝酸（ $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ ）。
- 5.4 碳酸钠溶液（50 g/L）。
- 5.5 饱和焦磷酸钠（ $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）溶液：称取200 g焦磷酸钠（ $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ），置于2000 mL锥形瓶中，加入约1000 mL温水，不断搅拌，放置24 h后使用。

5.6 锰标准溶液：称取1.0000 g金属锰($w_{\text{Mn}} \geq 99.95\%$)于400 mL烧杯中，加入100 mL水和20 mL硫酸(1+1)，低温加热至溶液清亮。冷却后移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1 mg锰（或购买市售1000ug/mL有证标准试剂，扩展不确定度推荐0.4%）。

5.7 高锰酸钾标准滴定溶液（ $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.02\text{mol/L}$ ），按以下步骤配制和标定。

5.7.1 配置：称取0.7 g高锰酸钾于2000 mL锥形瓶中，加入1000 mL水溶解，放置6天后，用G4漏斗式过滤器抽滤，滤液保存于棕色玻璃瓶中，混匀。

5.7.2 标定：移取10.00 mL锰标准溶液（5.6）于250 mL烧杯中，在搅拌下加入150 mL焦磷酸钠饱和溶液（5.5），用盐酸（5.2）或碳酸钠溶液（5.4）调节溶液pH为7.0（用pH计）。在电位滴定仪上，用高锰酸钾标准滴定溶液（5.7.1）滴定至电位滴定仪上发生明显电位突跃为终点，记录高锰酸钾滴定溶液消耗体积 V_1 。随同标定做空白测定。

按式（1）计算高锰酸钾标准滴定溶液对锰的滴定度 T ，单位为毫克每毫升（mg/mL）。

$$T = \frac{\rho \cdot V_2}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

T ——高锰酸钾标准滴定溶液对锰的滴定度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

ρ ——移取的锰标准溶液的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V_2 ——移取的锰标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——滴定时消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验时消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

平行标定三份，三份溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL，取其平均值，计算结果保留四位有效数字。

6 仪器和设备

6.1 电位滴定仪，附搅拌装置，与仪器匹配的用于氧化还原滴定的电极（铂-饱和甘汞电极、铂-钨电极、铂-铂电极、复合电极或其他符合要求的电极）。

6.2 实验室常用电子天平、玻璃仪器、加热设备、pH计。

7 样品

7.1 样品应通过0.074mm（200目）筛孔。

7.2 样品应在 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘干2h，置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取1.00 g 样品（7），准确至0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于100ml烧杯中，加少量水湿润，加入30ml盐酸（5.1）、2ml硝酸（5.3），盖上表面皿，低温微沸加热20min，取下用纯水冲洗表面皿、烧杯内壁，盖上表面皿继续沸腾10min，取下冷却至室温。

8.4.2 将试液（8.4.1）移入200ml容量瓶中，用水稀释至刻度摇匀。

8.4.3 准确移取试液（8.4.2）10.00ml于250ml烧杯中，变搅拌便加入250ml饱和焦磷酸钠溶液（5.5）用盐酸（5.2）或碳酸钠溶液（5.4）调节溶液pH为6.0~7.0。

8.4.4 将试液（8.4.3）置于电位滴定仪上，用高锰酸钾标准滴定溶液（5.7）滴定至电位突跃即为终点。记录消耗高锰酸钾标准滴定溶液消耗的体积。

9 试验数据处理

锰的含量以锰的质量分数 w_{Mn} 计，按公式（2）计算：

$$w_{Mn} = \frac{T \cdot V \cdot (V_5 - V_4) \times 10^{-3}}{m \cdot V_3} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_{Mn} —— 试料中锰元素的质量分数，单位为百分含量（%）；

T —— 高锰酸钾标准滴定溶液对锰的滴定度，单位毫克每毫升（mg/mL）；

V —— 试液定容的总体积，单位为毫升（mL）；

V_5 —— 滴定试料所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_4 —— 滴定空白试验所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m —— 称取试料的质量，单位为克（g）；

V_3 —— 分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示至小数点后两位。数字修约按GB/T 8170的规定执行。

10 精密度

10.1 重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下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1数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

$w_{Co}/\%$			
$r/\%$			

10.2 再现性限

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下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2数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

$w_{Co}/\%$			
$R/\%$			

11 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 样品名称及批次；
- b) 检测结果；
- c) 检测日期；
- d) 本文件没有规定的或认为可以自定的各种操作；
- e) 可能影响检测结果的情况；
- f) 本文件编号。