



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX-202X  
代替 GB/T 41704-2022

## 锂、钠离子电池正极材料检测方法 残余碱 含量的测定

Test methods of cathode materials for lithium-ion batteries and sodium-ion batteries  
—Determination of residual alkali content

(征求意见稿)

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



## 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。

本文件代替 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》，与 GB/T 41704-2022 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) ——删除了“引言”；
- b) ——修改了“范围”（见 1）；
- c) ——修改了残余碱含量的术语和定义（见 3.1）；
- d) ——删除了磁性异物的测定方法（见 2022 年版的 4）；
- e) ——增加了钠离子电池正极材料残余碱含量的测定（见 5）

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：北京当升材料科技股份有限公司、天津巴莫科技有限责任公司、天津国安盟固利新材料科技股份有限公司、深圳市德方纳米科技股份有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、中科致良新能源材料（浙江）有限公司、格林美（无锡）能源材料有限公司、巴斯夫杉杉电池材料有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、中伟新材料股份有限公司、厦门厦钨新能源材料股份有限公司、江苏当升材料科技有限公司、当升科技（常州）新材料有限公司、当升蜀道（攀枝花）新材料有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、湖北万润新能源科技股份有限公司等。

本文件主要起草人：

本文件及所代替或废止的文件的历次版本发布情况：

——2022 年首次发布为 GB/T 41704-2022，本次为第一次修订。



# 锂、钠离子电池正极材料检测方法 残余碱含量的测定

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安全和健康措施。

## 1 范围

本文件规定了正极材料中残余碱含量的测定方法。

本文件适用于如钴酸锂、镍钴锰酸锂、镍钴铝酸锂等锂离子电池正极材料中残余碱含量的测定，测定范围（质量分数）为 $\leq 2.500\%$ 。

本文件适用于如镍铁锰酸钠、镍铜铁锰酸钠、铜铁锰酸钠等钠离子电池正极材料中残余碱含量的测定，测定范围（质量分数）为 $\leq 7.000\%$ 。

## 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**残余碱 residual alkali**

正极材料颗粒表面附着的碱性物质。

注：锂离子电池正极材料表面附着的残余碱主要以氢氧化锂和碳酸锂形式存在，测试后将其量全部以碳酸锂含量表示则为残余碱，以锂含量表示则为残余锂。钠离子电池正极材料表面附着的残余碱主要以氢氧化钠、碳酸钠形式存在，测试后全部以碳酸钠含量表示则为残余碱，以钠含量表示则为残余钠。

## 4 锂离子电池正极材料残余碱含量的测定

### 4.1 原理

使用一定体积的水将一定质量样品表面的残余碱溶解，过滤后取滤液，用盐酸标准滴定溶液进行滴定，通过反应过程中的电位突跃确定滴定终点，计算其含量，通过换算得到残余碱含量及残余锂含量。

### 4.2 试剂或材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.2.1 盐酸标准滴定溶液：0.1 mol/L，采用国家认可的有效期内的有证标准物质，或按 GB/T 601 的规定制备。

4.2.2 保鲜膜。

### 4.3 仪器设备

4.3.1 真空过滤装置。

4.3.2 磁力搅拌器。

4.3.3 电位滴定仪，配饱和甘汞电极。滴定前应对电位滴定仪的pH电极进行校准，使用pH标准缓冲液进行三点校准，斜率在0.9500~1.0500范围内。

### 4.4 样品

样品粒度应不大于 0.154 mm。

### 4.5 试验步骤

4.5.1 称取 5.0 g 样品，精确至 0.0001 g，质量记为  $m_1$ 。将样品置于 140 mL 玻璃烧杯中，加入 100 g 水，水温为 25 °C ± 2 °C，水质量记为  $m_2$ 。用保鲜膜（4.2.2）封口后置于磁力搅拌器（4.3.2）上，以 800r/min 搅拌混合 5 min。

4.5.2 搅拌完成后 1 min 内，用真空过滤装置（4.3.1）将样品与水分离，滤液收集至 250 mL 的烧杯中，称重并用保鲜膜（4.2.2）封口，滤液质量记为  $m_3$ 。

4.5.3 将滤液置于电位滴定仪（4.3.3），使用 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液（4.2.1）滴定。记录两个等当点  $E_{p1}$ （pH ≈ 8.5）、 $E_{p2}$ （pH ≈ 4.5）处消耗盐酸的体积，分别记为  $V_1$ 、 $V_2$ 。

### 4.6 试验数据处理

4.6.1 样品中残余碳酸锂含量以质量分数  $\omega_{Li_2CO_3}$  计，按公式（1）计算：

$$\omega_{Li_2CO_3} = \frac{c \times (V_2 - V_1) \times m_2 \times 73.89}{10^3 \times m_1 \times m_3} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\omega_{Li_2CO_3}$ ——样品中残余碳酸锂含量；

$c$  ——盐酸的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_2$  ——pH 接近 4.4 的等当点所对应的盐酸体积，单位为毫升（mL）；

$V_1$  ——pH 接近 8.4 的等当点所对应的盐酸体积，单位为毫升（mL）；

$m_2$  ——水加入量，单位为克（g）；

73.89——碳酸锂的相对分子质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

$m_1$  ——称取样品的质量，单位为克（g）；

$m_3$  ——称取滤液的质量，单位为克（g）。

4.6.2 样品中残余氢氧化锂含量以质量分数  $\omega_{LiOH}$  计，按公式（2）计算：

$$\omega_{LiOH} = \frac{c \times [V_2 - 2 \times (V_2 - V_1)] \times m_2 \times 23.95}{10^3 \times m_1 \times m_3} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\omega_{LiOH}$ ——样品中残余氢氧化锂含量；

$c$  ——盐酸的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_2$  ——pH 接近 4.5 的等当点所对应的盐酸体积，单位为毫升（mL）；

$V_1$  ——pH 接近 8.5 的等当点所对应的盐酸体积，单位为毫升（mL）；

- $m_2$  ——水加入量，单位为克（g）；  
 23.94 ——氢氧化锂的相对分子质量，单位为克每摩尔（g/mol）；  
 $m_1$  ——称取样品的质量，单位为克（g）；  
 $m_3$  ——称取滤液的质量，单位为克（g）。

4.6.3 样品中残余碱含量以质量分数 $\omega_{ra}$ 计，按公式（3）计算：

$$\omega_{ra} = 1.54 \times \omega_{LiOH} + \omega_{Li_2CO_3} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $\omega_{ra}$  ——样品中残余碱含量；  
 1.44 ——换算系数，碳酸锂的相对分子质量与 2 倍氢氧化锂的相对分子质量之比。

4.6.4 样品中残余锂含量以质量分数 $\omega_{rl}$ 计，按公式（4）计算：

$$\omega_{rl} = 0.19 \times \omega_{ra} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $\omega_{rl}$  ——样品中残余锂含量；  
 0.19 ——换算系数，2 倍锂的相对原子质量与碳酸锂的相对分子质量之比。

4.6.5 计算结果表示到小数点后三位，按 GB/T 8170 的规定进行修约。

## 4.7 精密度

### 4.7.1 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1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

$\omega_{ra}/\%$	0.010	0.030	0.341	0.989	1.646	2.284
$r/\%$	0.003	0.004	0.009	0.043	0.070	0.142

### 4.7.2 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 2 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

$\omega_{ra}/\%$	0.010	0.030	0.341	0.989	1.646	2.284
$R/\%$	0.007	0.010	0.019	0.087	0.109	0.213

## 5 钠离子电池正极材料残余碱含量的测定

### 5.1 原理

使用一定体积的乙醇将一定质量样品表面的残余氢氧化钠溶解，过滤后取滤液，用盐酸标准滴定溶液进行滴定，通过反应过程中的电位突跃确定滴定终点，计算其含量，通过换算得到残余氢氧化钠含量。

使用一定体积的水将一定质量样品表面的残余碳酸钠溶解，过滤后取滤液，用盐酸标准滴定溶液进行滴定，通过反应过程中的电位突跃确定滴定终点，计算其含量，通过换算得到残余碳酸钠含量。通过计算，将残余氢氧化钠和残余碳酸钠加和，以残余碱(以碳酸钠计)或残余钠(以钠计)表示。

## 5.2 试剂或材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

5.2.1 盐酸标准滴定溶液：0.1 mol/L，采用国家认可的有效期内的有证标准物质，或按 GB/T 601 的规定制备。

5.2.2 乙醇，分析纯。

5.2.3 保鲜膜。

## 5.3 仪器设备

5.3.1 真空过滤装置。

5.3.2 磁力搅拌器。

5.3.3 电位滴定仪，配水性溶液用电极和非水性溶液用电极各一支。滴定前应对电位滴定仪的pH电极进行校准，使用pH标准缓冲液进行三点校准，斜率在0.9500~1.0500范围内。

## 5.4 样品

样品粒度应不大于 0.154 mm。

## 5.5 试验步骤

5.5.1 称取试料 5g，准确至 0.0001g，质量记为  $m_1$ 。将样品置于 150 mL 玻璃烧杯中，准确加入 100g 水，准确至 0.0001g，质量记为  $m_2$ ，用保鲜膜（5.2.3）封口后置于磁力搅拌器（5.3.2）上，以 800r/min 搅拌混合 5 min。

5.5.2 搅拌完成后 1 min 内，用真空过滤装置（5.3.1）将样品与水分离，滤液收集至 250 mL 的烧杯中并用保鲜膜（4.2.2）封口。

5.5.3 分取 60g 滤液至滴定杯中，准确至 0.0001g，质量记为  $m_3$ ，置于电位滴定仪（5.3.3），使用 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液（5.2.1）滴定。记录两个等当点  $Ep_1$ （ $pH \approx 8.5$ ）、 $Ep_2$ （ $pH \approx 4.5$ ）处消耗盐酸的体积，分别记为  $V_1$ 、 $V_2$ 。

5.5.4 称取试料 1g，准确至 0.0001g，质量记为  $m_1'$ 。将样品置于 150 mL 玻璃烧杯中，准确加入 80g 乙醇(5.2.2)，准确至 0.0001g，质量记为  $m_2'$ ，用保鲜膜（5.2.3）封口后置于磁力搅拌器（5.3.2）上，以 800r/min 搅拌混合 70 min。

5.5.2 搅拌完成后 1 min 内，用真空过滤装置（5.3.1）将样品与水分离，滤液收集至 250 mL 的烧杯中并用保鲜膜（4.2.2）封口。

5.5.3 分取 60g 滤液至滴定杯中，准确至 0.0001g，质量记为  $m_3'$ ，置于电位滴定仪（5.3.3），使用 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液（5.2.1）滴定。记录等当点  $Ep$ （ $pH \approx 6.0$ ）处消耗盐酸的体积，记为  $V$ 。

## 5.6 试验数据处理

5.6.1 样品中残余碳酸钠含量以质量分数  $\omega_{Na_2CO_3}$  计，按公式（5）计算：

$$\omega_{Na_2CO_3} = \frac{c \times (V_2 - V_1) \times m_2 \times 105.99}{10^3 \times m_1 \times m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$\omega_{Na_2CO_3}$  ——样品中残余碳酸钠含量；

$c$  ——盐酸的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

- $V_2$  ——pH 接近 4.5 的等当点所对应的盐酸体积，单位为毫升（mL）；
- $V_1$  ——pH 接近 8.5 的等当点所对应的盐酸体积，单位为毫升（mL）；
- $m_2$  ——水加入量，单位为克（g）；
- 105.99——碳酸钠的相对分子质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- $m_1$  ——称取样品的质量，单位为克（g）；
- $m_3$  ——称取滤液的质量，单位为克（g）。

5.6.2 样品中残余氢氧化钠含量以质量分数 $\omega_{NaOH}$ 计，按公式（6）计算：

$$\omega_{NaOH} = \frac{c \times V_2 \times 39.997}{10^3 \times m_1 \times m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- $\omega_{NaOH}$ ——样品中残余氢氧化钠含量；
- $c$  ——盐酸的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- $V$  ——pH 接近 6 的等当点所对应的盐酸体积，单位为毫升（mL）；
- $m_2$  ——水加入量，单位为克（g）；
- 39.997——氢氧化钠的相对分子质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- $m_1$  ——称取样品的质量，单位为克（g）；
- $m_3$  ——称取滤液的质量，单位为克（g）。

5.6.3 样品中残余碱含量以质量分数 $\omega_{ra}$ 计，按公式（7）计算：

$$\omega_{ra} = 1.33 \times \omega_{NaOH} + \omega_{Na_2CO_3} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- $\omega_{ra}$ ——样品中残余碱含量；
- 1.33——换算系数，碳酸钠的相对分子质量与 2 倍氢氧化钠的相对分子质量之比。

5.6.4 样品中残余钠含量以质量分数 $\omega_{rn}$ 计，按公式（8）计算：

$$\omega_{rn} = 0.43 \times \omega_{ra} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- $\omega_{rn}$ ——样品中残余钠含量；
- 0.43——换算系数，2 倍钠的相对原子质量与碳酸钠的相对分子质量之比。

5.6.5 计算结果表示到小数点后三位，按 GB/T 8170 的规定进行修约。

## 5.7 精密度

### 5.7.1 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3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3数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 重复性限

$\omega_{ra}/\%$						
$r/\%$						

## 5.7.2 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 4 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 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4 再现性限

$\omega_{ra}/\%$						
$R/\%$						

## 6 试验报告

试验报告应包含以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 使用的方法；
- 试验结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期；
- 其他与本文件规定步骤的差异或本文件中未规定的要求。