



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103117386 A

(43) 申请公布日 2013. 05. 22

---

(21) 申请号 201310046805. 5

(22) 申请日 2013. 02. 05

(71) 申请人 广州易瑞易电子科技有限公司

地址 511442 广东省广州市番禺区南村镇市  
头村东线大道北排 2 号东顺工业园 C8  
栋首层

(72) 发明人 刘爱强

(74) 专利代理机构 广州知友专利商标代理有限  
公司 44104

代理人 周克佑

(51) Int. Cl.

H01M 4/505 (2010. 01)

权利要求书2页 说明书12页

---

(54) 发明名称

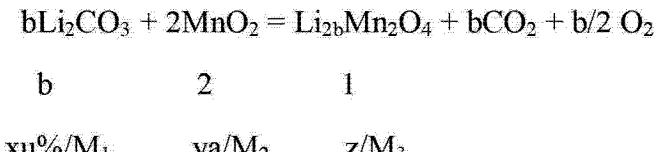
一种合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量  
及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法

(57) 摘要

一种合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量  
及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法，通过  
化学反应方程式推出产物锂 / 锰摩尔比与原料二  
氧化锰锰含量间关系式；设定二氧化锰的基准锰  
含量及合成产物的锂 / 锰基准摩尔比，推出理论  
上所需碳酸锂和二氧化锰的基准用量；按碳酸锂  
和二氧化锰基准用量，在拟合工艺条件下合成尖  
晶石锰酸锂，采用 ICP 法测锰酸锂锂 / 锰实际摩尔  
比，得二氧化锰实际锰含量；采用碳酸锂为基准  
用量，二氧化锰锰含量为其实际锰含量，锰酸锂锂  
/ 锰比为基准摩尔比，合成尖晶石锰酸锂，算出实  
际需要二氧化锰的用量；该方法能避免工艺过程  
带来的过程系统误差及常规化学方法测量带来的  
测量系统误差，具有简单、方便、精度高、实用性强  
和可连续操作的优点。

1. 一种合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法,其特征是包含以下步骤:

(1) 以碳酸锂为锂源,以二氧化锰为锰源,合成尖晶石锰酸锂,设定碳酸锂的质量为x,二氧化锰的质量为y,二氧化锰锰含量为a(w.t.%),合成的尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为b,碳酸锂和二氧化锰按照下述化学式进行化学反应,根据碳酸锂和二氧化锰的摩尔比,得出二氧化锰锰含量a与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比b之间的关系公式为:  
 $a \times b = 1.487(xu\% / y)$



其中 :u% 为原料碳酸锂的质量百分含量,其中 u% \geq 99.5%;

$M_1$  为  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  分子量,为 73.89;

$M_2$  为 Mn 的原子量,为 54.938;

$M_3$  为  $\text{Li}_{2b}\text{Mn}_2\text{O}_4$  分子量,视 b 值计算而得;

x 为碳酸锂质量;

y 为二氧化锰质量;

z 为反应生成产物质量,为设定常量;

(2) 设定二氧化锰的基准锰含量为  $a_0$ (w.t.%),尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的基准摩尔比为  $b_0$ ,根据步骤(1)中的化学式合成尖晶石锰酸锂,推导出理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$ ,二氧化锰的基准用量  $y_0$ ,其中  $x_0 = (zb_0M_1) / (u\%M_3)$ ,  $y_0 = (2zM_2) / (a_0M_3)$ ;

(3) 按照碳酸锂质量为  $x_0$ 、二氧化锰质量为  $y_0$ ,按照步骤(1)中的化学式合成尖晶石锰酸锂,采用 ICP 法对尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的实际摩尔比进行等精度 n 次测量,并取其统计学平均数据  $\bar{b}'$ ,将  $\bar{b}'$ ,  $x_0$  和  $y_0$ ,代入关系式  $a \times b = 1.487(xu\% / y)$ ,得出二氧化锰的实际锰含量  $a' = (1.487x_0u\%) / (y_0 \bar{b}')$ ;

(4) 保持碳酸锂质量为  $x_0$ ,二氧化锰的实际锰含量为  $a'$ ,尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为  $b_0$ ,将碳酸锂和二氧化锰按照步骤(1)中的化学式进行化学反应,生成尖晶石锰酸锂时,根据关系式  $a \times b = 1.487(xu\% / y)$ ,计算出实际需要的二氧化锰的用量  $y'$ ,  $y' = (1.487x_0u\%) / (a' \times b_0)$ ;碳酸锂和二氧化锰的实际用量配比为  $x_0 : y'$ 。

2. 根据权利要求 1 所述的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法,其特征是:步骤(1) - (3) 中合成尖晶石锰酸锂是在拟合工艺条件下进行的。

3. 根据权利要求 2 所述的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法,其特征是:所述拟合工艺条件为与尖晶石锰酸锂的实际合成过程不存在过程系统误差的模拟工艺条件。

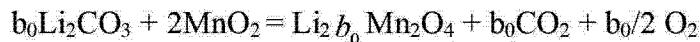
4. 根据权利要求 2 所述的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法,其特征是:所述拟合工艺条件为模拟尖晶石锰酸锂的实际生产合成工艺条件。

5. 根据权利要求 1 所述的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二

氧化锰配比的确定方法,其特征是:步骤(1)中二氧化锰中锰含量a与尖晶石锰酸锂中锂/锰的摩尔比b之间的关系公式是通过如下方式获得的:根据碳酸锂和二氧化锰的摩尔比:b:2=xu%/M<sub>1</sub>:ya/M<sub>2</sub>,得出a×b=(2u%M<sub>2</sub>/M<sub>1</sub>)×(x/y),将u、M<sub>1</sub>和M<sub>2</sub>的数值代入,获得关系式a×b=1.487(xu%/y)。

6. 根据权利要求1所述的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法,其特征是:步骤(2)中理论上所需的碳酸锂的基准用量x<sub>0</sub>是通过碳酸锂与锰酸锂的用量关系确定的,步骤(2)中理论上所需的二氧化锰的基准用量y<sub>0</sub>是通过二氧化锰与锰酸锂的用量关系确定的。

7. 根据权利要求1所述的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法,其特征是:步骤(2)中碳酸锂、二氧化锰的用量分别为基准用量x<sub>0</sub>、y<sub>0</sub>时,合成锰酸锂的化学方程式及各原料的用量关系如下:



$$\begin{array}{ccc} b_0 & 2 & 1 \\ x_0 u\% / M_1 & y_0 a_0 / M_2 & z / M_3 \end{array}$$

其中:u%为碳酸锂的质量百分含量,其中u%≥99.5%;

M<sub>1</sub>为Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>分子量,为73.89;

M<sub>2</sub>为Mn的原子量,为54.938;

M<sub>3</sub>为Li<sub>2</sub>b<sub>0</sub>Mn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>的分子量,视b<sub>0</sub>值计算而得;

x<sub>0</sub>为生成质量为z的尖晶石锰酸锂理论上所需的基准碳酸锂质量;

y<sub>0</sub>为生成质量为z的尖晶石锰酸锂理论上所需的基准二氧化锰质量;

z为反应生成尖晶石锰酸锂质量,为设定常量。

8. 根据权利要求1所述的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法,其特征是:步骤(2)中57.4%≤a<sub>0</sub>≤62%,0.50≤b<sub>0</sub>≤0.615。

9. 根据权利要求1所述的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法,其特征是:步骤(3)中采用ICP法对尖晶石锰酸锂中锂/锰的实际摩尔比进行等精度n次测量,得到n个测量计算值b<sub>1'</sub>、b<sub>2'</sub>、b<sub>3'</sub>、…、b'<sub>n</sub>,则n个测得值的算术平均值 $\bar{b}'=\frac{1}{n}\sum_{i=1}^n b_i'$ ,其中n>5。

# 一种合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法

## 技术领域

[0001] 本发明属于锂离子电池技术领域，具体涉及一种合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法。

## 背景技术

[0002] 锂离子电池具有能量密度高、循环寿命长、体积小、重量轻、安全性好等特点，广泛应用于便携式电子电器、数码相机、笔记本电脑及手机通讯等消费品电子领域和电动工具、电动单车、电动汽车等动力能源领域。目前，主要商业化使用的锂离子电池正极材料有：尖晶石型锰酸锂、层状结构锂过渡金属氧化物和橄榄石结构的锂过度金属磷酸盐等。其中尖晶石锰酸锂由于优异的热稳定性、丰富的资源特性和良好的安全性，尤其备受瞩目。

[0003] 固相法工业化合成尖晶石锰酸锂的主要原料包括作为锂源的碳酸锂和作为锰源的二氧化锰(电解二氧化锰和化学二氧化锰)，由于锰的氧化物存在多种价位，如  $Mn^{2+}$ 、 $Mn^{3+}$ 、 $Mn^{4+}$  等，以及杂质含量差异等各方面原因，原料中氧化锰的锰含量存在波动现象，直接影响到原料配比和产物元素含量的精确性。因此，在合成锰酸锂及配料之前，需要对原料二氧化锰的锰含量及原料配比进行精确确定。

[0004] 传统的二氧化锰锰含量测定方法，不论是化学分析法（如络合法、滴定法等）还是一般仪器测试方法（如紫外光谱仪等），由于分析试剂的纯度、用量或者仪器设备操作准确性等原因，均存在较大的系统误差。

[0005] 在固相法工业化合成尖晶石锰酸锂的过程中，合成产物的  $Li/Mn$  摩尔比是表征原料配比精度和产物元素含量精度的重要参数，直接关系到锰酸锂产品的质量和锂离子电池的性能。影响合成产物的  $Li/Mn$  摩尔比精度的主要因素有：

[0006] (1) 原材料配比精度：如原料二氧化锰锰含量测定存在较大的系统误差、原料碳酸锂主含量测定的系统误差都影响到原料配比精度；

[0007] (2) 合成过程工艺条件：如合成过程中杂质的挥发、合成温度、时间、气氛、锂元素的挥发等工艺过程造成的系统误差，也会较大影响到  $Li/Mn$  摩尔比的精度。

[0008] 在现有技术中，由于忽略了合成工艺过程带来的过程系统误差，同时存在较大的测量系统误差，使合成产物的  $Li/Mn$  摩尔比的精度和原料配比精度难于准确确定和控制。

## 发明内容

[0009] 本发明的目的在于提供一种合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法，通过拟合合成尖晶石锰酸锂，精确测定合成产物的  $Li/Mn$  摩尔比来实现对原料二氧化锰锰含量及原料配比的精确确定，从而实现对合成产物  $Li/Mn$  摩尔比的准确控制。该方法避免了工艺过程带来的过程系统误差，同时也可以避免常规化学方法测量带来的测量系统误差，实现拟合工艺条件下对原料二氧化锰锰含量及原料配比

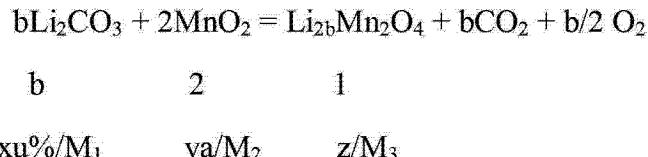
的精确确定。

[0010] 本发明的上述目的是通过如下技术方案来实现的：一种合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法，含以下步骤：

[0011] (1) 以碳酸锂为锂源，以二氧化锰为锰源，合成尖晶石锰酸锂，设定碳酸锂的质量为  $x$ ，二氧化锰的质量为  $y$ ，二氧化锰锰含量为  $a$ (w. t. %)，合成的尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为  $b$ ，碳酸锂和二氧化锰按照下述化学式进行化学反应，根据碳酸锂和二氧化锰的摩尔比，得出二氧化锰锰含量  $a$  与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比  $b$  之间的关系公式为：  

$$a \times b = 1.487 (xu\% / y)$$

[0012]



[0013] 其中 : $u\%$  为原料碳酸锂的质量百分含量，其中  $u\% \geq 99.5\%$ ；通常来说， $u\%$  能达到  $99.5\%$  已经可以满足原料需求，但是如果  $u\%$  的含量更高则更好，通常设定为常量；

[0014]  $\text{M}_1$  为  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  分子量，为 73.89；

[0015]  $\text{M}_2$  为  $\text{Mn}$  的原子量，为 54.938；

[0016]  $\text{M}_3$  为  $\text{Li}_{2b}\text{Mn}_2\text{O}_4$  分子量，视  $b$  值计算而得；

[0017]  $x$  为碳酸锂质量；

[0018]  $y$  为二氧化锰质量；

[0019]  $z$  为反应生成产物质量，为设定常量；

[0020] (2) 设定二氧化锰的基准锰含量为  $a_0$ (w. t. %)，尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的基准摩尔比为  $b_0$ ，根据步骤(1)中的化学式合成尖晶石锰酸锂，推导出理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$ ，二氧化锰的基准用量  $y_0$ ，其中  $x_0 = (zb_0\text{M}_1) / (u\%\text{M}_3)$ ， $y_0 = (2z\text{M}_2) / (a_0\text{M}_3)$ ；

[0021] (3) 按照碳酸锂质量为  $x_0$ 、二氧化锰质量为  $y_0$ ，按照步骤(1)中的化学式合成尖晶石锰酸锂，采用 ICP 法对尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的实际摩尔比进行等精度  $n$  次测量，并取其统计学平均数据  $\bar{b}'$ ，将  $\bar{b}'$ ， $x_0$  和  $y_0$ ，代入关系式  $a \times b = 1.487 (xu\% / y)$ ，得出二氧化锰的实际锰含量  $a' = (1.487x_0u\%) / (y_0 \bar{b}')$ ；

[0022] (4) 保持碳酸锂质量为  $x_0$ ，二氧化锰的实际锰含量为  $a'$ ，尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为  $b_0$ ，将碳酸锂和二氧化锰按照步骤(1)中的化学式进行化学反应，生成尖晶石锰酸锂时，根据关系式  $a \times b = 1.487 (xu\% / y)$ ，计算出实际需要的二氧化锰的用量  $y'$ ， $y' = (1.487x_0u\%) / (a' \times b_0)$ ；碳酸锂和二氧化锰的实际用量配比为  $x_0 : y'$ 。

[0023] 本发明步骤(1) – (3) 中合成尖晶石锰酸锂是在拟合工艺条件下进行的。即本发明所有的拟合工艺条件为模拟尖晶石锰酸锂的实际合成过程，包括实验室小试时，模拟工业生产时的实际合成过程，也包括直接模拟尖晶石锰酸锂实际工业生产时的工业条件，采用模拟尖晶石锰酸锂的实际合成过程时采用的工艺条件，可以避免过程系统误差等因素的影响。

[0024] 本发明所述拟合工艺条件优选为与尖晶石锰酸锂的实际合成过程不存在过程系统误差的模拟工艺条件。

[0025] 本发明所述拟合工艺条件优选为模拟尖晶石锰酸锂的实际生产合成工艺条件。

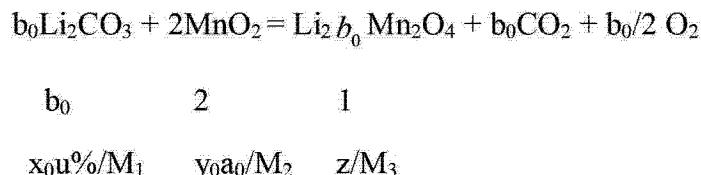
[0026] 本发明步骤(1)中二氧化锰中锰含量a与尖晶石锰酸锂中锂/锰的摩尔比b之间的关系公式是通过如下方式获得的：根据碳酸锂和二氧化锰的摩尔比:b:2 = xu%/M<sub>1</sub>:ya/M<sub>2</sub>,得出a×b=(2u%M<sub>2</sub>/M<sub>1</sub>)×(x/y),将u、M<sub>1</sub>和M<sub>2</sub>的数值代入,获得关系式a×b=1.487(xu%/y)。

[0027] 本发明步骤(1)中u%为原料碳酸锂的质量百分含量,其中u%≥99.5%;通常来说,u%能达到99.5%已经可以满足原料需求,但是如果u%的含量更高则更好,通常设定为常量而不会影响本发明拟合工艺条件下对原料二氧化锰锰含量及原料配比的精确确定。

[0028] 本发明步骤(2)中理论上所需的碳酸锂的基准用量x<sub>0</sub>是通过碳酸锂与锰酸锂的用量关系确定的,步骤(2)中理论上所需的二氧化锰的基准用量y<sub>0</sub>是通过二氧化锰与锰酸锂的用量关系确定的。

[0029] 本发明步骤(2)中碳酸锂、二氧化锰的用量分别为基准用量x<sub>0</sub>、y<sub>0</sub>时,合成锰酸锂的化学方程式及各原料的用量关系如下:

[0030]



[0031] 其中:u%为碳酸锂的质量百分含量,其中u%≥99.5%;通常来说,u%能达到99.5%已经可以满足原料需求,但是如果u%的含量更高则更好,通常设定为常量;

[0032] M<sub>1</sub>为Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>分子量,为73.89;

[0033] M<sub>2</sub>为Mn的原子量,为54.938;

[0034] M<sub>3</sub>为Li<sub>2b\_0</sub>Mn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>的分子量,视b<sub>0</sub>值计算而得;

[0035] x<sub>0</sub>为生成质量为z的尖晶石锰酸锂理论上所需的基准碳酸锂质量;

[0036] y<sub>0</sub>为生成质量为z的尖晶石锰酸锂理论上所需的基准二氧化锰质量;

[0037] z为反应生成尖晶石锰酸锂质量,为设定常量。

[0038] 本发明中碳酸锂的基准用量x<sub>0</sub>是指在初始拟合工艺条件下,当采用二氧化锰的基准锰含量为a<sub>0</sub>(w.t.%),尖晶石锰酸锂中锂/锰的基准摩尔比为b<sub>0</sub>,如需制备质量为z的尖晶石锰酸锂,则需要设定碳酸锂以及二氧化锰的拟投料,其中碳酸锂的拟投料即为本申请中所述的碳酸锂的基准用量x<sub>0</sub>,二氧化锰的拟投料即为本申请中所述的二氧化锰的基准用量y<sub>0</sub>。

[0039] 本发明步骤(2)中57.4%≤a<sub>0</sub>≤62%,0.50≤b<sub>0</sub>≤0.615。

[0040] 本发明步骤(3)中采用ICP法对尖晶石锰酸锂中锂/锰的实际摩尔比进行等精度n次测量,得到n个测量计算值b<sub>1'</sub>、b<sub>2'</sub>、b<sub>3'</sub>、…、b'<sub>n</sub>,则n个测得值的算术平均值 $\bar{b}' = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n b'_i$ ,其中n>5。

[0041] 与现有技术相比,本发明具有如下优点:本发明方法拟合了尖晶石锰酸锂工艺合成过程,避免了工艺过程带来的过程系统误差,同时也可以避免常规化学方法测量带来的测量系统误差,实现拟合工艺条件下对原料二氧化锰锰含量及原料配比的精确确定,具有

简单、方便、精度高、实用性强和可连续操作的优点，尤其适用于工业化生产实践。

### 具体实施方式

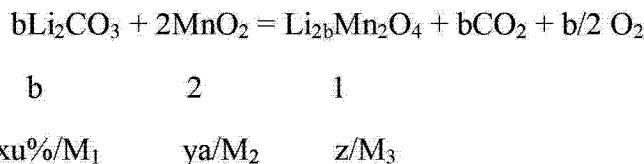
[0042] 下面结合具体实施例对本发明作进一步的说明，但本发明并不仅限于以下实施例，以下试剂如无特殊说明均为市售。

[0043] 实施例 1

[0044] 本实施例提供的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法，含以下步骤：

[0045] (1) 原料二氧化锰的锰含量 a(w. t. %) 与产物锰酸锂锂 / 锰摩尔比 b 的关系公式推导：以碳酸锂为锂源，以二氧化锰为锰源，合成尖晶石锰酸锂，其中合成尖晶石锰酸锂是在拟合工艺条件下进行的，该拟合工艺条件为与尖晶石锰酸锂的实际合成过程不存在过程系统误差的工艺条件，设定碳酸锂的质量 x，二氧化锰的质量为 y，二氧化锰锰含量为 a，合成的尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为 b，碳酸锂和二氧化锰按照下述化学式进行化学反应，通过碳酸锂和 二氧化锰的摩尔比，得出二氧化锰中锰含量 a 与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比 b 之间的关系公式为： $a \times b = 1.487(xu\% / y)$

[0046]



[0047] 其中：u% 为原料碳酸锂的质量百分含量，其中  $u\% \geq 99.5\%$ ，设定  $u\% = 99.5\%$ ；

[0048]  $\text{M}_1$  为  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  分子量，为 73.89；

[0049]  $\text{M}_2$  为 Mn 的原子量，为 54.938；

[0050]  $\text{M}_3$  为  $\text{Li}_{2b}\text{Mn}_2\text{O}_4$  分子量，视 b 值计算而得；

[0051] x 为碳酸锂质量；

[0052] y 为二氧化锰质量；

[0053] z 为反应生成产物质量，为设定常量；z 在以下实施例中为便于计算，均采用 1000kg，实际上，可以是任何需要合成的尖晶石锰酸锂的质量。

[0054] 其中二氧化锰中锰含量 a 与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比 b 之间的关系公式是通过如下方式获得的：根据碳酸锂和二氧化锰的摩尔比  $:b : 2 = xu\%/\text{M}_1 : ya/\text{M}_2$ ，得出  $a \times b = (2u\%\text{M}_2/\text{M}_1) \times (x/y)$ ，将 u%、 $\text{M}_1$  和  $\text{M}_2$  的数值代入，获得关系式  $a \times b = 1.48(x/y)$ 。

[0055] (2) 设定二氧化锰基准锰含量为  $a_0$ (w. t. %)，其中  $a_0=0.59$  (59w. t. %)，设定尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的基准摩尔比为  $b_0$ ，其中  $b_0=0.54$ ，根据步骤 (1) 中的化学式合成尖晶石锰酸锂，设定需要合成 1 吨(z=1000kg) 尖晶石锰酸锂，其结构式为  $\text{Li}_{1.08}\text{Mn}_2\text{O}_4$ ，推导出理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$ ，二氧化锰的基准用量  $y_0$ ，理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$  是通过碳酸锂与锰酸锂的用量关系确定的，理论上所需的二氧化锰的基准用量  $y_0$  是通过二氧化锰与锰酸锂的用量关系确定的，经过推导得出  $x_0=(zb_0\text{M}_1) / (u\%\text{M}_3)$ ，将  $b_0=0.54$ ， $\text{M}_1=73.89$ ， $\text{M}_3=181.368$ ， $u\%=99.5\%$  代入  $x_0$  的关系式中，计算出  $x_0=221.10\text{kg}$ ， $y_0=(2z\text{M}_2) / (a_0\text{M}_3)=1026.81\text{kg}$ ，将  $z=1000\text{kg}$ ， $\text{M}_2=54.938$ ， $a_0=0.59$ ， $\text{M}_3=181.368$  代入  $y_0$  的关系式中，计算得  $y_0=1026.81\text{kg}$ ；

[0056] (3) 按照碳酸锂质量为  $x_0=221.10\text{kg}$ 、二氧化锰质量为  $y_0=1026.81\text{kg}$ , 按照步骤(1)中的化学式合成尖晶石锰酸锂, 采用 ICP 法对尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的实际摩尔比进行等精度 10 次测量, 并取其统计学平均数据  $\bar{b}' = 0.5338$ , 将  $\bar{b}'$ ,  $x_0$  和  $y_0$ , 代入关系式  $a \times b = 1.48(x/y)$ , 得出二氧化锰的实际锰含量  $a' = (1.48x_0) / (y_0 \bar{b}') = 0.5970$ ;

[0057] 其中合成尖晶石锰酸锂是在实际工艺条件下进行的, 具体工艺过程是:

[0058] (a) 按照基准配比作为原料配比称取分别称取原料碳酸锂和二氧化锰的重量, 原料粒度分别为  $4 \sim 6 \mu\text{m}$ ,  $18 \sim 20 \mu\text{m}$ ;

[0059] (b) 将所称取的物料放入斜型混料机, 球料比为 2 : 1(重量), 进行球磨混料 6 小时;

[0060] (c) 将混合好的物料在  $800^\circ\text{C}$  保温 20 小时, 进行化学反应;

[0061] (d) 将反应完全的料经冷却后, 粉碎过筛得到粒度为  $20 \mu\text{m}$  的  $\text{Li}_{1.08}\text{Mn}_2\text{O}_4$  的粉料。

[0062] 采用 ICP 法测算  $\text{Li}/\text{Mn}$  摩尔比:

[0063] 随机抽取合成产物样品 10 份, ICP 测算结果如表(1)中所示:

[0064] 表 110 份尖晶石锰酸锂样品中每个样品的锂 / 锰比

[0065]

样品编号	Li(w.t.%)	Mn(w.t.%)	$b'_i$
1	4.01	59.38	0.5345
2	3.98	59.01	0.5338
3	4.10	60.22	0.5389
4	3.95	59.41	0.5263
5	3.97	58.86	0.5339
6	4.06	59.77	0.5376
7	4.03	59.50	0.5361
8	4.00	59.94	0.5282
9	3.99	59.50	0.5307
10	4.11	60.43	0.5383
$\bar{b}' = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^n b'_i = 0.5338$			

[0066] (4) 保持碳酸锂质量为  $x_0$ , 二氧化锰的实际锰含量为  $a'$ , 尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为  $b_0$ , 将碳酸锂和二氧化锰按照步骤(1)中的化学式进行化学反应, 生成尖晶石锰酸锂时, 根据关系式  $a \times b = 1.48(x/y)$ , 将  $x_0=221.10$ ,  $a' = 0.5970$ ,  $b_0=0.54$ , 计算出实际需要的二氧化锰的用量  $y'$ ,  $y' = (1.48x_0) / (a' \times b_0) = 1015.03\text{kg}$ ; 碳酸锂和二氧化锰的实际用量配比为  $x_0:y' = 221.10:1015.03$ 。

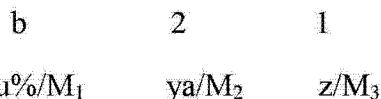
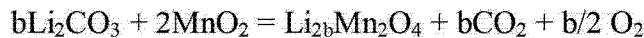
[0067] 实施例 2

[0068] 本实施例提供的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法, 含以下步骤:

[0069] (1) 原料二氧化锰的锰含量  $a(\text{w.t.}\%)$  与产物锰酸锂锂 / 锰摩尔比  $b$  的关系公式推导: 以碳酸锂为锂源, 以二氧化锰为锰源, 合成尖晶石锰酸锂, 其中合成尖晶石锰酸锂是在拟合工艺条件下进行的, 该拟合工艺条件为与尖晶石锰酸锂的实际上合成过程不存在过程系

统误差的工艺条件下进行的,设定碳酸锂的质量  $x$ ,二氧化锰的质量为  $y$ ,二氧化锰锰含量为  $a$ ,合成的尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为  $b$ ,碳酸锂和二氧化锰按照下述化学式进行化学反应,根据碳酸锂和二氧化锰的摩尔比,得出二氧化锰中锰含量  $a$  与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比  $b$  之间的关系公式为 : $a \times b = 1.487(xu\% / y)$

[0070]



[0071] 其中 : $u\%$  为原料碳酸锂的质量百分含量,其中  $u\% \geq 99.5\%$ ,设定  $u\% = 99.5\%$ ;

[0072]  $M_1$  为  $Li_2CO_3$  分子量,为 73.89;

[0073]  $M_2$  为  $Mn$  的原子量,为 54.938;

[0074]  $M_3$  为  $Li_{2b}Mn_2O_4$  分子量,视  $b$  值计算而得;

[0075]  $x$  为碳酸锂质量;

[0076]  $y$  为二氧化锰质量;

[0077]  $z$  为反应生成产物质量,为设定常量;

[0078] 其中二氧化锰中锰含量  $a$  与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比  $b$  之间的关系公式是通过如下方式获得的:根据碳酸锂和二氧化锰的摩尔比: $b : 2 = xu\% / M_1 : ya / M_2$ ,得出  $a \times b = (2u\% M_2 / M_1) \times (x / y)$ ,将  $u\%$ 、 $M_1$  和  $M_2$  的数值代入,获得关系式  $a \times b = 1.48(x / y)$ 。

[0079] (2) 设定基准锰含量为  $a_0(w.t.\%)$ ,其中  $a_0=0.574$  (57.4w.t.%),设定尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的基准摩尔比为  $b_0$ ,其中  $b_0=0.615$ ,根据步骤(1)中的化学式合成尖晶石锰酸锂,设定需要合成 1 吨( $z=1000kg$ )尖晶石锰酸锂,其结构式为  $Li_{1.23}Mn_2O_4$ ,推导出理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$ ,二氧化锰的基准用量  $y_0$ ,理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$  是通过碳酸锂与锰酸锂的用量关系确定的,理论上所需的二氧化锰的基准用量  $y_0$  是通过二氧化锰与锰酸锂的用量关系确定的,经过推导得出  $x_0=(zb_0M_1) / (u\% M_3)$ ,将  $b_0=0.615$ ,  $M_1=73.89$ ,  $M_3=182.409$ ,  $u\%=99.5\%$  代入  $x_0$  的关系式中,计算出  $x_0=250.38kg$ ,  $y_0=(2zM_2) / (a_0M_3)=1049.41kg$ ,将  $z=1000kg$ ,  $M_2=54.938$ ,  $a_0=0.574$ ,  $M_3=182.409$  代入  $y_0$  的关系式中,计算得  $y_0=1049.41kg$ ;

[0080] (3) 按照碳酸锂质量为  $x_0=250.38kg$ 、二氧化锰质量为  $y_0=1049.41kg$ ,按照步骤(1)中的化学式合成尖晶石锰酸锂,采用 ICP 法对尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的实际摩尔比进行等精度 10 次测量,并取其统计学平均数据  $\bar{b}'$ , $\bar{b}'=0.6001$ ,将  $\bar{b}'$ , $x_0$  和  $y_0$ ,代入关系式  $a \times b = 1.48(x / y)$ ,得出二氧化锰的实际锰含量  $a' = (1.487x_0u\%) / (y_0 \bar{b}') = 0.5884$ ;

[0081] 其中合成尖晶石锰酸锂是在实际工艺条件下进行的,此处仅为列举,具体工艺条件可参考各尖晶石锰酸锂的制备过程,具体工艺过程是:

[0082] (a) 按照基准配比作为原料配比称取原料碳酸锂和二氧化锰的重量,原料粒度分别为 4 ~ 6  $\mu m$ , 18 ~ 20  $\mu m$ ;

[0083] (b) 将所称取的物料放入斜型混料机,球料比为 2:1(重量),进行球磨混料 6 小时;

[0084] (c) 将混合好的物料在 800℃ 保温 20 小时,进行化学反应;

[0085] (d) 将反应完全的料经冷却后,粉碎过筛得到粒度为 20  $\mu m$  的  $Li_{1.23}Mn_2O_4$  的粉料。

[0086] 采用 ICP 法测算 Li/Mn 摩尔比：

[0087] 随机抽取合成产物样品 10 份，ICP 测算结果如表(1)中所示：

[0088] 表 210 份尖晶石锰酸锂样品中每个样品的锂 / 锰比

[0089]

样品编号	Li(w.t.%)	Mn(w.t.%)	$b'_i$
1	4.45	58.80	0.5990
2	4.48	59.00	0.6010
3	4.37	59.03	0.5859
4	4.35	57.66	0.5971
5	4.50	58.00	0.6141
6	4.44	57.59	0.6102
7	4.39	57.93	0.5998
8	4.36	58.06	0.5944
9	4.41	58.45	0.5972
10	4.49	59.00	0.6023
$\overline{b}' = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^n b'_i = 0.6001$			

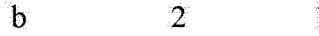
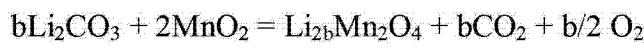
[0090] (4) 保持碳酸锂质量为  $x_0$ , 二氧化锰的实际锰含量为  $a'$  , 尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为  $b_0$ , 将碳酸锂和二氧化锰按照步骤 (1) 中的化学式进行化学反应, 生成尖晶石锰酸锂时, 根据关系式  $a \times b = 1.48(x/y)$ , 将  $x_0=250.38$ ,  $a' = 0.5884$ ,  $b_0=0.615$ , 计算出实际需要的二氧化锰的用量  $y'$  ,  $y' = (1.487x_0u\%)/(a' \times b_0)=1024.03\text{kg}$ ; 碳酸锂和二氧化锰的实际用量配比为  $x_0:y' = 250.38:1024.03$ 。

[0091] 实施例 3

[0092] 本实施例提供的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法, 含以下步骤 :

[0093] (1) 原料二氧化锰的锰含量  $a(\text{w. t.}\%)$  与产物锰酸锂锂 / 锰摩尔比  $b$  的关系公式推导 : 以碳酸锂为锂源, 以二氧化锰为锰源, 合成尖晶石锰酸锂, 其中合成尖晶石锰酸锂是在拟合工艺条件下进行的, 该拟合工艺条件为与尖晶石锰酸锂的合成过程不存在过程系统误差的工 艺条件下进行的, 设定碳酸锂的质量  $x$ , 二氧化锰的质量为  $y$ , 二氧化锰锰含量为  $a$ , 合成的尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为  $b$ , 碳酸锂和二氧化锰按照下述化学式进行化学反应, 根据碳酸锂和二氧化锰的摩尔比, 得出二氧化锰中锰含量  $a$  与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比  $b$  之间的关系公式为 : $a \times b = 1.487(x u\% / y)$

[0094]



[0095] 其中 : $u\%$  为原料碳酸锂的质量百分含量, 其中  $u\% \geqslant 99.5\%$ , 设定  $u\%=99.5\%$ ;

[0096]  $\text{M}_1$  为  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  分子量, 为 73.89 ;

- [0097]  $M_2$  为 Mn 的原子量, 为 54. 938 ;
- [0098]  $M_3$  为  $Li_{2b}Mn_2O_4$  分子量, 视 b 值计算而得 ;
- [0099] x 为碳酸锂质量 ;
- [0100] y 为二氧化锰质量 ;
- [0101] z 为反应生成产物质量, 为设定常量 ;
- [0102] 其中二氧化锰中锰含量与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比 b 之间的关系公式是通过如下方式获得的 : 根据碳酸锂和二氧化锰的摩尔比 :  $b = xu\% / M_1 : ya / M_2$ , 得出  $a \times b = (2u\% M_2 / M_1) \times (x/y)$ , 将 u%、 $M_1$  和  $M_2$  的数值代入, 获得关系式  $a \times b = 1.48(x/y)$ 。
- [0103] (2) 设定基准锰含量为  $a_0$ (w. t. %), 其中  $a_0=0.62$  (62w. t. %), 设定尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的基准摩尔比为  $b_0$ , 其中  $b_0=0.50$ , 根据步骤 (1) 中的化学式合成尖晶石锰酸锂, 设定需要合成 1 吨( $z=1000kg$ ) 尖晶石锰酸锂, 其结构式为  $Li_{1.00}Mn_2O_4$ , 推导出理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$ , 二氧化锰的基准用量  $y_0$ , 理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$  是通过碳酸钾与锰酸锂的用量关系确定的, 理论上所需的二氧化锰的基准用量  $y_0$  是通过二氧化锰与锰酸锂的用量关系确定的, 经过推导得出  $x_0=(zb_0M_1) / (u\% M_3)$ , 将  $b_0=0.50$ ,  $M_1=73.89$ ,  $M_3=180.813$ ,  $u\%=99.5\%$  代入  $x_0$  的关系式中, 计算出  $x_0=205.35kg$ ,  $y_0=(2zM_2) / (a_0M_3)=980.13kg$ , 将  $z=1000kg$ ,  $M_2=54.938$ ,  $a_0=0.50$ ,  $M_3=180.813$  代入  $y_0$  的关系式中, 计算得  $y_0=980.13kg$  ;
- [0104] (3) 按照碳酸锂质量为  $x_0=205.35kg$ 、二氧化锰质量为  $y_0=980.13kg$ , 按照步骤 (1) 中的化学式合成尖晶石锰酸锂, 采用 ICP 法对尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的实际摩尔比进行等精度 10 次测量, 并取其统计学平均数据  $\bar{b}'$ ,  $\bar{b}'=0.5175$ , 将  $\bar{b}'$ ,  $x_0$  和  $y_0$ , 代入关系式  $a \times b=1.48(x/y)$ , 得出二氧化锰的实际锰含量  $a' = (1.48x_0) / (y_0 \bar{b}') = 0.5992$ ;
- [0105] 其中合成尖晶石锰酸锂是在实际工艺条件下进行的, 具体工艺过程是 :
- [0106] (a) 按照基准配比作为原料配比称取原料碳酸锂和二氧化锰的重量, 原料粒度分别为 4 ~ 6  $\mu m$ , 18 ~ 20  $\mu m$  ;
- [0107] (b) 将所称取的物料放入斜型混料机, 球料比为 2 : 1(重量), 进行球磨混料 6 小时 ;
- [0108] (c) 将混合好的物料在 780°C 保温 16 小时, 进行化学反应 ;
- [0109] (d) 将反应完全的料经冷却后, 粉碎过筛得到粒度为 20  $\mu m$  的  $Li_{1.00}Mn_2O_4$  的粉料。
- [0110] 采用 ICP 法测算 Li/Mn 摩尔比 :
- [0111] 随机抽取合成产物样品 10 份, ICP 测算结果如表(1) 中所示 :
- [0112] 表 310 份尖晶石锰酸锂样品中每个样品的锂 / 锰比
- [0113]

样品编号	Li(w.t.%)	Mn(w.t.%)	$b'_i$
1	4.02	62.23	0.5113
2	3.99	61.79	0.5111
3	4.18	62.00	0.5336
4	4.00	61.90	0.5114
5	4.05	61.00	0.5255
6	4.01	62.20	0.5103
7	3.90	60.50	0.5102
8	4.13	62.15	0.5259
9	4.07	61.44	0.5243
10	3.98	61.66	0.5109
$\overline{b}' = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^n b'_i = 0.5175$			

[0114] (4) 保持碳酸锂质量为  $x_0$ , 二氧化锰的实际锰含量为  $a'$  , 尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为  $b_0$ , 将碳酸锂和二氧化锰按照步骤 (1) 中的化学式进行化学反应, 生成尖晶石锰酸锂时, 根据关系式  $a \times b = 1.48(x/y)$ , 将  $x_0=205.35$ ,  $a' = 0.5992$ ,  $b_0=0.50$ , 计算出实际需要的二氧化锰的用量  $y'$  ,  $y' = (1.48x_0) / (a' \times b_0) = 1014.41\text{kg}$ ; 碳酸锂和二氧化锰的实际用量配比为  $x_0 : y' = 205.35 : 1014.41$ 。

[0115] 实施例 4

[0116] 本实施例提供的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法, 含以下步骤 :

[0117] (1) 原料二氧化锰的锰含量  $a(\text{w. t. \%})$  与产物锰酸锂锂 / 锰摩尔比  $b$  的关系公式推导: 以碳酸锂为锂源, 以二氧化锰为锰源, 合成尖晶石锰酸锂, 其中合成尖晶石锰酸锂是在拟合工艺条件下进行的, 该拟合工艺条件为与尖晶石锰酸锂的合成过程不存在过程系统误差的工 艺条件, 设定碳酸锂的质量  $x$ , 二氧化锰的质量为  $y$ , 二氧化锰锰含量为  $a$ , 合成的尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为  $b$ , 碳酸锂和二氧化锰按照下述化学式进行化学反应, 通过碳酸锂和二氧化锰的摩尔比, 得出二氧化锰锰含量  $a$  与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比  $b$  之间的关系公式为 : $a \times b = 1.487(xu\% / y)$

[0118]



b                  2                  1

$xu\%/\text{M}_1$        $ya/\text{M}_2$        $z/\text{M}_3$

[0119] 其中 : $u\%$  为原料碳酸锂的质量百分含量, 其中  $u\% \geqslant 99.5\%$ , 设定  $u\% = 99.5\%$ ;

[0120]  $\text{M}_1$  为  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  分子量, 为 73.89 ;

[0121]  $\text{M}_2$  为 Mn 的原子量, 为 54.938 ;

[0122]  $\text{M}_3$  为  $\text{Li}_{2b}\text{Mn}_2\text{O}_4$  分子量, 视  $b$  值计算而得 ;

[0123]  $x$  为碳酸锂质量 ;

[0124]  $y$  为二氧化锰质量 ;

[0125] z 为反应生成产物质量, 为设定常量;

[0126] 其中二氧化锰中锰含量 a 与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比 b 之间的关系公式是通过如下方式获得的: 根据碳酸锂和二氧化锰的摩尔比  $b : 2 = xu\% / M_1 : ya / M_2$ , 得出  $a \times b = (2u\% M_2 / M_1) \times (x/y)$ , 将 u%、 $M_1$  和  $M_2$  的数值代入, 获得关系式  $a \times b = 1.48(x/y)$ 。

[0127] (2) 设定二氧化锰基准锰含量为  $a_0$  (w. t. %), 其中  $a_0 = 0.60$  (60w. t. %), 设定尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的基准摩尔比为  $b_0$ , 其中  $b_0 = 0.56$ , 根据步骤 (1) 中的化学式合成尖晶石锰酸锂, 设定需要合成 1 吨 ( $z = 1000\text{kg}$ ) 尖晶石锰酸锂, 其结构式为  $\text{Li}_{1.12}\text{Mn}_2\text{O}_4$ , 推导出理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$ , 二氧化锰的基准用量  $y_0$ , 理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$  是通过碳酸锂与锰酸锂的用量关系确定的, 理论上所需的二氧化锰的基准用量  $y_0$  是通过二氧化锰与锰酸锂的用量关系确定的, 经过推导得出  $x_0 = (zb_0 M_1) / (u\% M_3)$ , 将  $b_0 = 0.54$ ,  $M_1 = 73.89$ ,  $M_3 = 181.646$ ,  $u\% = 99.5\%$  代入  $x_0$  的关系式中, 计算出  $x_0 = 228.94\text{kg}$ ,  $y_0 = (2zM_2) / (a_0 M_3) = 1008.15\text{kg}$ , 将  $z = 1000\text{kg}$ ,  $M_2 = 54.938$ ,  $a_0 = 0.59$ ,  $M_3 = 181.646$  代入  $y_0$  的关系式中, 计算得  $y_0 = 1008.15\text{kg}$ ;

[0128] (3) 按照碳酸锂质量为  $x_0 = 228.94\text{kg}$ 、二氧化锰质量为  $y_0 = 1008.15\text{kg}$ , 按照步骤 (1) 中的化学式合成尖晶石锰酸锂, 采用 ICP 法对尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的实际摩尔比进行等精度 8 次测量, 并取其统计学平均数据  $\bar{b}'$ ,  $\bar{b}' = 0.5641$ , 将  $\bar{b}'$ ,  $x_0$  和  $y_0$ , 代入关系式  $a \times b = 1.48(x/y)$ , 得出二氧化锰的实际锰含量  $a' = (1.48x_0) / (y_0 \bar{b}') = 0.5958$ ;

[0129] 其中合成尖晶石锰酸锂是在实际工艺条件下进行的, 具体工艺过程是:

[0130] (a) 按照基准配比作为原料配比称取分别称取原料碳酸锂和二氧化锰的重量, 原料粒度分别为  $4 \sim 6 \mu\text{m}$ ,  $18 \sim 20 \mu\text{m}$ ;

[0131] (b) 将所称取的物料放入斜型混料机, 球料比为 2 : 1(重量), 进行球磨混料 6 小时;

[0132] (c) 将混合好的物料在  $800^\circ\text{C}$  保温 20 小时, 进行化学反应;

[0133] (d) 将反应完全的料经冷却后, 粉碎过筛得到粒度为  $20 \mu\text{m}$  的  $\text{Li}_{1.12}\text{Mn}_2\text{O}_4$  的粉料。

[0134] 采用 ICP 法测算  $\text{Li}/\text{Mn}$  摩尔比:

[0135] 随机抽取合成产物样品 8 份, ICP 测算结果如表(1) 中所示:

[0136] 表 48 份尖晶石锰酸锂样品中每个样品的锂 / 锰比

[0137]

样品编号	Li(w.t.%)	Mn(w.t.%)	$b'_i$
1	4.11	57.44	0.5663
2	4.19	58.45	0.5675
3	4.15	58.04	0.5659
4	4.09	57.27	0.5653
5	4.19	59.03	0.5618
6	4.05	57.00	0.5624
7	4.10	57.97	0.5600
8	4.13	58.02	0.5634
$\bar{b}' = \frac{1}{8} \sum_{i=1}^8 b'_i = 0.5641$			

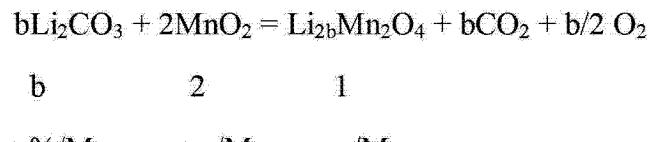
[0138] (4) 保持碳酸锂质量为  $x_0$ , 二氧化锰的实际锰含量为  $a'$ , 尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为  $b_0$ , 将碳酸锂和二氧化锰按照步骤(1)中的化学式进行化学反应, 生成尖晶石锰酸锂时, 根据关系式  $a \times b = 1.48(x/y)$ , 将  $x_0=228.94$ ,  $a' = 0.5958$ ,  $b_0=0.56$ , 计算出实际需要的二氧化锰的用量  $y'$ ,  $y' = (1.48x_0) / (a' \times b_0) = 1015.53\text{kg}$ ; 碳酸锂和二氧化锰的实际用量配比为  $x_0:y' = 228.94:1015.53$ 。

### [0139] 实施例 5

[0140] 本实施例提供的合成尖晶石锰酸锂原料二氧化锰锰含量及原料碳酸锂和二氧化锰配比的确定方法，含以下步骤：

[0141] (1) 原料二氧化锰的锰含量 a(w. t. %) 与产物锰酸锂 / 锰摩尔比 b 的关系公式推导: 以碳酸锂为锂源, 以二氧化锰为锰源, 合成尖晶石锰酸锂, 其中合成尖晶石锰酸锂是在拟合工艺条件下进行的, 该拟合工艺条件为与尖晶石锰酸锂的实际合成过程不存在过程系统误差的工艺条件, 设定碳酸锂的质量 x, 二氧化锰的质量为 y, 二氧化锰中锰含量为 a, 合成的尖晶石 锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比为 b, 碳酸锂和二氧化锰按照下述化学式进行化学反应, 通过碳酸锂和二氧化锰的摩尔比, 得出二氧化锰锰含量 a 与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比 b 之间的关系公式为:  $a \times b = 1.487(x\% / y)$

[0142]



[0143] 其由  $\text{u}\%$  为原料碳酸钾的质量百分含量，其由  $\text{u}\% \geq 99.5\%$ ，设定  $\text{u}\% = 99.98\%$ 。

[0144] M 为 LiCO<sub>3</sub> 分子量 为 73.89,

[0145]  $M_1$  为  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  分子量, 为 78.03;

[0146]  $M_2$  为 Mn 的原子量, 为 54.938;

[0147] x 为磷酸镧质量

[0148]  $\pi$  为二氯化镁质量

[0110]  $y$  为二氧化锰质量；  
 [0110]  $-$  为反应生成物质量， $\Delta$  为投料量。

[0150] 其中二氧化锰中锰含量 a 与尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的摩尔比 b 之间的关系公式是通过如下方式获得的 : 根据碳酸锂和二氧化锰的摩尔比 :b :2 = xu%/ $M_1$  :ya/ $M_2$ , 得出  $a \times b = (2u\%M_2/M_1) \times (x/y)$ , 将 u%,  $M_1$  和  $M_2$  的数值代入, 获得关系式  $a \times b = 1.487(x/y)$ 。

[0151] (2) 设定二氧化锰基准锰含量为  $a_0$  (w. t. %), 其中  $a_0=0.595$  (59.5 w. t. %), 设定尖晶石锰酸锂中锂 / 锰的基准摩尔比为  $b_0$ , 其中  $b_0=0.58$ , 根据步骤 (1) 中的化学式合成尖晶石锰酸锂, 设定需要合成 1 吨 ( $z=1000\text{kg}$ ) 尖晶石锰酸锂, 其结构式为  $\text{Li}_{1.16}\text{Mn}_2\text{O}_4$ , 推导出理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$ , 二氧化锰的基准用量  $y_0$ , 理论上所需的碳酸锂的基准用量  $x_0$  是通过碳酸锂与锰酸锂的用量关系确定的, 理论上所需的二氧化锰的基准用量  $y_0$  是通过二氧化锰与锰酸锂的用量关系确定的, 经过推导得出  $x_0=(zb_0M_1)/(u\%M_3)$ , 将  $b_0=0.58$ ,  $M_1=73.89$ ,  $M_3=181.924$ ,  $u\%=99.98\%$  代入  $x_0$  的关系式中, 计算出  $x_0=235.62\text{kg}$ ,  $y_0=(2zM_2)/(a_0M_3)=1015.07\text{kg}$ , 将  $z=1000\text{kg}$ ,  $M_2=54.938$ ,  $a_0=0.59$ ,  $M_3=181.924$  代入  $y_0$  的关系式中, 计算得  $y_0=1015.07\text{kg}$ ;

[0152] (3) 按照碳酸锂质量为  $x_0=235.62\text{kg}$ 、二氧化锰质量为  $y_0 = 1015.07\text{kg}$ , 按照步

骤(1)中的化学式合成尖晶石锰酸锂,采用ICP法对尖晶石锰酸锂中锂/锰的实际摩尔比进行等精度10次测量,并取其统计学平均数据 $\bar{b}'$ , $\bar{b}'=0.5787$ ,将 $\bar{b}'$ , $x_0$ 和 $y_0$ ,代入关系式 $a \times b = 1.487(x/y)$ ,得出二氧化锰的实际锰含量 $a' = (1.487x_0) / (y_0 \bar{b}') = 0.5964$ ;

[0153] 其中合成尖晶石锰酸锂是在实际工艺条件下进行的,具体工艺过程是:

[0154] (a) 按照基准配比作为原料配比称取分别称取原料碳酸锂和二氧化锰的重量,原料粒度分别为4~6μm,18~20μm;

[0155] (b) 将所称取的物料放入斜型混料机,球料比为2:1(重量),进行球磨混料6小时;

[0156] (c) 将混合好的物料在800℃保温20小时,进行化学反应;

[0157] (d) 将反应完全的料经冷却后,粉碎过筛得到粒度为20μm的Li<sub>1.16</sub>Mn<sub>2</sub>O<sub>4</sub>的粉料。

[0158] 采用ICP法测算Li/Mn摩尔比:

[0159] 随机抽取合成产物样品10份,ICP测算结果如表(1)中所示:

[0160] 表510份尖晶石锰酸锂样品中每个样品的锂/锰比

[0161]

样品编号	Li(w.t.%)	Mn(w.t.%)	$b'_i$
1	4.30	58.58	0.5810
2	4.18	58.01	0.5703
3	4.33	59.22	0.5787
4	4.35	58.81	0.5854
5	4.27	58.66	0.5762
6	4.40	59.77	0.5827
7	4.33	59.50	0.5760
8	4.29	58.34	0.5820
9	4.20	57.90	0.5741
10	4.36	59.43	0.5807
$\bar{b}' = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^n b'_i = 0.5787$			

[0162] (4) 保持碳酸锂质量为 $x_0$ ,二氧化锰的实际锰含量为 $a'$ ,尖晶石锰酸锂中锂/锰的摩尔比为 $b_0$ ,将碳酸锂和二氧化锰按照步骤(1)中的化学式进行化学反应,生成尖晶石锰酸锂时,根据关系式 $a \times b = 1.48(x/y)$ ,将 $x_0=235.62$ , $a'=0.5964$ , $b_0=0.58$ ,计算出实际需要的二氧化锰的用量 $y'$ , $y' = (1.487x_0) / (a' \times b_0) = 1012.87\text{kg}$ ;碳酸锂和二氧化锰的实际用量配比为 $x_0:y' = 235.62:1012.87$ 。

[0163] 以上列举的具体实施例是对本发明进行的说明。需要指出的是,以上实施例只用于对本发明作进一步说明,不构成对本发明保护范围的限制,其他人根据本发明的提示做出的非本质的修改和调整,仍属于本发明的保护范围。