

Analysis of the Current Development Status of Domestic and International Standards for Lithium-Ion Battery Cathode Materials

Zhiping Qiu Qingqing Jin Yan Sun Yonghui Zhou

Shenzhen Dynanonic Co., Ltd., Shenzhen, Guangdong, 518000, China

Abstract

In recent years, the lithium-ion battery industry has shown a rapid development trend. As the core material of lithium-ion batteries, cathode materials are moving towards diversified development trends to meet the diverse needs of the market. With the rapid development of the market, the development of cathode material standards is also closely followed up. The effective supply of standards has greatly promoted the iteration of cathode materials, significantly improved the product quality, and provided solid support for the continuous progress of lithium-ion battery industry. This paper aims to conduct an analysis of domestic and international standards related to major cathode materials, in order to point out the development path and optimization direction of cathode material standardization in the future.

Keywords

lithium-ion battery; cathode material; standard

锂离子电池正极材料国内外标准发展现状分析

邱志平 金青青 孙言 周永辉

深圳市德方纳米科技股份有限公司, 中国·广东深圳 518000

摘要

近年来锂离子电池行业呈现快速发展态势, 作为锂离子电池的核心材料, 正极材料正迈向多元化发展趋势, 以适应市场的多样化需求。随着市场的快速发展, 锂离子电池正极标准的研制工作也紧密跟进。标准的有效供给极大地推动了正极材料的升级迭代, 并显著提升了产品质量, 为锂离子电池行业的持续进步提供了坚实的支撑。本论文旨在对几种主要锂离子电池正极材料相关的国内外标准进行分析, 以期对相关单位指明未来正极材料标准化的发展路径和优化方向。

关键词

锂离子电池; 正极材料; 标准

1 引言

据工业和信息化部数据显示, 2023年, 中国锂离子电池行业总产值超过1.4万亿元^[1]。正极材料占锂离子电池的成本比例高达约30%, 《中国锂离子电池正极材料行业发展白皮书(2024年)》统计数据显示, 2023年中国锂离子电池正极材料出货量为247.6万吨, 其中磷酸铁锂正极材料出货量163.8万吨, 三元材料出货量66.4万吨, 钴酸锂出货量8.0万吨, 锰酸锂出货量9.4万吨^[2]。锂离子电池正极材料市场快速发展的同时, 人们也更加关注质量与性能的提升。

【基金项目】“广东省锂离子电池正极材料产业标准化试点”建设项目。

【作者简介】邱志平(1991-), 男, 中国广东云浮人, 硕士, 工程师, 从事锂离子电池材料及其标准化研究。

升。正极材料性能的一致性对于保障锂离子电池的整体性能十分重要, 建立和实施严格的技术标准, 构建完善的锂离子电池正极材料标准化体系, 能更有效地保证锂离子电池的稳定性和可靠性, 从而推动新能源产业的可持续发展^[3,4]。

2 中国标准发展现状

2.1 钴酸锂

钴酸锂是第一代商业化的锂离子电池正极材料, 有三种不同的物相结构: 岩盐相、尖晶石结构相、层状结构相。层状结构的钴酸锂在锂离子的嵌入和脱出过程, 始终保持稳定的结构而不发生坍塌, 非常适合作为正极材料。钴酸锂具有较高的能量密度, 主要应用在手机、笔记本电脑、平板电脑等便携式电子设备中。GB/T 20252—2006《钴酸锂》是国内发布的第1个锂离子电池正极材料产品国家标准, 于2014年发布修订版后沿用至今。还配套了2项化学分析方法和2项电化学性能测试的国家标准, 见表1。

表 1 钴酸锂相关标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	GB/T 20252—2014	钴酸锂	现行
2	GB/T 23367.1—2009	钴酸锂化学分析方法 第 1 部分：钴量的测定 EDTA 滴定法	
3	GB/T 23367.2—2009	钴酸锂化学分析方法 第 2 部分：锂、镍、锰、镁、铝、铁、钠、钙和铜量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法	
4	GB/T 23365—2023	钴酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法	
5	GB/T 23366—2009	钴酸锂电化学性能测试 放电平台容量比率及循环寿命测试方法	
6	20221726-T-610	钴酸锂化学分析方法 第 1 部分：钴含量的测定 EDTA 滴定法和电位滴定法	修订中
7	GB/T 20252—2006	钴酸锂	废止
8	GB/T 23365—2009	钴酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法	

2.2 锰酸锂

锰酸锂通常为尖晶石相，理论比容量为 148 mAh/g，具有三维锂离子通道，锂离子可以可逆地脱嵌而不引起结构塌陷，具有价格低、电位高、环境友好、安全性能高等优点。但整体而言，锰酸锂的比容量相对较低，因此，一般被应用于需要控制成本的场合，如二轮电动车。锰酸锂产品标准最早于 2008 年首次发布，于 2016 年发布经过修订的版本，并于 2023 年再次提出修订，其指标随着技术的发展发生较大变化。此外，还有 2 项配套的电化学性能测试国家标准，见表 2。

表 2 锰酸锂相关标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	YS/T 677—2016	锰酸锂	现行
2	GB/T 39864—2021	锰酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法	
3	GB/T 39861—2021	锰酸锂电化学性能测试 放电平台容量比率及循环寿命测试方法	
4	2023-0257T-YS	锰酸锂	修订中
5	YS/T 677—2008	锰酸锂	废止

2.3 镍酸锂

镍酸锂是通过镍元素取代钴酸锂中的钴而发展的化合物。镍酸锂具有两种结构变体，其中，层状结构的镍酸锂具有电化学活性，属 R-3m 空间群，适合作为锂离子电池正极材料。镍酸锂具有比容量高、污染小、价格适中、与电解液匹配好等优点，被认为是一种较有发展前景的正极材料。目前只有 1 项关于镍酸锂的国家标准，且该标准自 2010 年发布后已有十多年未更新，主要是因为镍酸锂材料体系的研发和布局具有相对的滞后性，见表 3。

表 3 镍酸锂相关标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	GB/T 26031—2010	镍酸锂	现行

2.4 镍钴酸锂

镍钴酸锂具有相对简单的合成工艺，同时，由于 Ni³⁺ 与 Co³⁺ 具有相似的氧化电位，因此这种掺杂材料具有较高

电压。镍钴酸锂材料在制备过程中对氧气含量要求不高，可以获得具有良好斜方晶型的层状结构。镍钴酸锂材料在锂离子的反复脱嵌过程中能够维持单相，保持了稳定的晶体结构，避免了较大的容量衰减。目前，只有 1 项关于镍钴酸锂的产品标准，尚无其他配套的标准出台，见表 4。

表 4 镍钴酸锂相关标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	YS/T 1521—2022	镍钴酸锂	现行

2.5 镍锰酸锂

镍锰酸锂是在尖晶石型锰酸锂基础上发展起来的具有三维锂离子通道的正极材料。镍锰酸锂的可逆容量与锰酸锂相近，约为 146.7mAh/g，但其电压平台为 4.7V 左右，比锰酸锂的 4V 电压平台要高出 15% 以上，且高温下的循环稳定性相比锰酸锂有了质的提升。镍锰酸锂的配套标准较为全面，其产品标准于 2018 年发布，配套有 1 项关于电化学性能测试的国家标准以及 6 项关于化学分析方法的行业标准，见表 5。

2.6 镍钴锰酸锂

镍钴锰酸锂属于三元正极材料，其理论容量达到 280mAh/g，实际产品容量超过 150mAh/g，相比传统的单元正极材料，其具有更高的比容量。镍钴锰酸锂产品标准早在 2012 年就发布，2023 年修订计划正式立项，此外，还有 2 项通过包覆和掺杂改性的产品标准，在产品标准方面更为细分。测试方法方面，配备有 2 项化学分析方法和 3 项电化学性能测试标准。还有 1 项镍钴锰酸锂的回收利用行业标准正在制定中，见表 6。

2.7 镍钴铝酸锂

镍钴铝酸锂是具有六方层状结构 (α-NaFeO₂ 型层状结构) 的锂金属氧化物，属于 R-3m 空间点群，其电化学性能与钴酸锂和镍钴锰酸锂相当。成品镍钴铝酸锂为一次单晶的二次团聚体，是理想的绿色环保动力锂离子电池材料。镍钴铝酸锂的首个产品标准于 2016 年发布，并于 2023 年发布修订版本。此外，还有 1 项掺杂包覆型的产品标准以及 4 项化学分析方法标准，见表 7。

表 5 镍锰酸锂相关标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	GB/T 37202—2018	镍锰酸锂	现行
2	GB/T 43093—2023	镍锰酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法	
3	YS/T 1569.1—2022	镍锰酸锂化学分析方法 第 1 部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法	
4	YS/T 1569.2—2022	镍锰酸锂化学分析方法 第 2 部分：锰含量的测定 电位滴定法	
5	YS/T 1569.3—2022	镍锰酸锂化学分析方法 第 3 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法	
6	YS/T 1569.4—2022	镍锰酸锂化学分析方法 第 4 部分：硫酸根含量的测定 离子色谱法	
7	YS/T 1569.5—2022	镍锰酸锂化学分析方法 第 5 部分：氟离子含量的测定 离子选择性电极法	
8	YS/T 1569.6—2022	镍锰酸锂化学分析方法第 6 部分：钾、钠、钙、镁、铁、铜、铬和镉含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法	

表 6 镍钴锰酸锂相关标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	YS/T 798—2012	镍钴锰酸锂	现行
2	YS/T 1448—2021	包覆型镍钴锰酸锂	
3	YS/T 1520—2022	掺杂型镍钴锰酸锂	
4	YS/T 1006.1—2014	镍钴锰酸锂化学分析方法 第 1 部分：镍钴锰总量的测定 EDTA 滴定法	
5	YS/T 1006.2—2014	镍钴锰酸锂化学分析方法 第 2 部分：锂、镍、钴、锰、钠、镁、铝、钾、铜、钙、铁、锌和硅量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法	
6	GB/T 37201—2018	镍钴锰酸锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法	
7	GB/T 37207—2018	镍钴锰酸锂电化学性能测试 放电平台容量比率及循环寿命测试方法	
8	YS/T 1615—2023	镍钴锰酸锂电化学性能测试 直流内阻测试方法	
9	2023-0258T-YS	镍钴锰酸锂	修订中
10	2022-1340T-SJ	锂离子电池回收利用 镍钴锰酸锂回收及修复	制定中

表 7 镍钴铝酸锂相关标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	YS/T 1125—2023	镍钴铝酸锂	现行
2	YS/T 1614—2023	掺杂包覆型镍钴铝酸锂	
3	YS/T 1263.1—2018	镍钴铝酸锂化学分析方法 第 1 部分：镍量的测定 丁二酮肟重量法	
4	YS/T 1263.2—2018	镍钴铝酸锂化学分析方法 第 2 部分：钴量的测定 电位滴定法	
5	YS/T 1263.3—2018	镍钴铝酸锂化学分析方法 第 3 部分：锂量的测定 火焰原子吸收光谱法	
6	YS/T 1263.4—2018	镍钴铝酸锂化学分析方法 第 4 部分：铝、铁、钙、镁、铜、锌、硅、钠、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法	
7	YS/T 1125—2016	镍钴铝酸锂	废止

2.8 磷酸铁锂

磷酸铁锂为具有橄榄石结构的晶体，其中锂离子嵌入由 FeO₆ 八面体和 PO₄ 四面体组成的框架中，具有非常好的热稳定性和结构稳定性，即使在高温或过充状态下也不易发生热失控或燃烧，被认为是一种非常安全的正极材料。国内关于磷酸铁锂的标准共有 14 项，见表 8。就产品标准而言，有 2 项现行的国家标准和 1 项行业标准，目前 GB/T 33822 和 YS/T 1027 正在修订中，化学分析方法方面有 1 项国家标准和 5 项行业标准，2 项电化学测试国家标准，还有 1 项回收利用相关的行业标准正在制定中。

2.9 磷酸锰铁锂

磷酸锰铁锂是一种在磷酸铁锂基础上掺杂锰 (Mn) 元素形成的具有橄榄石结构的新型正极材料。相较于磷酸铁锂，通过掺杂锰元素实现了更高工作电压和能量密度。其理

论电压平台提升至 3.8~4.1V，使得磷酸锰铁锂的理论能量密度较磷酸铁锂可以提升 10%~20%。目前行业比较关注磷酸锰铁锂的产品标准，有 1 项已立项的国家标准制定计划项目和 3 项已发布的团体标准，见表 9。据了解，目前行业计划制定与之配套的测试标准。

2.10 富锂锰基正极材料

富锂锰基材料是以 Li₂MnO₃ 为基础的复合正极材料，通常表示为 Li₂MnO₃ · LiMO₂ (M 通常为 Ni、Co、Mn 或其组合)，其具有较高的理论容量，超过三元材料，高达 300mAh/g 以上，这得益于其特殊的 Li-O-Li 构型。尽管目前已有 1 项富锂锰基正极材料的产品标准和 6 项化学分析方法标准，见表 10，但富锂锰基正极材料尚未被广泛应用，因此制定相关标准过于前瞻，未来应视市场需要对相关标准进行修订或整合。

表 8 磷酸铁锂相关标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	GB/T 30835—2014	锂离子电池用炭复合磷酸铁锂正极材料	现行
2	GB/T 33822—2017	纳米磷酸铁锂	
3	YS/T 1027—2015	磷酸铁锂	
4	GB/T 33828—2017	纳米磷酸铁锂中三价铁含量的测定方法	
5	YS/T 1028.1—2015	磷酸铁锂化学分析方法 第 1 部分：总铁量的测定 三氧化钛还原重铬酸钾滴定法	
6	YS/T 1028.2—2015	磷酸铁锂化学分析方法 第 2 部分：锂量的测定 火焰光度法	
7	YS/T 1028.3—2015	磷酸铁锂化学分析方法 第 3 部分：磷量的测定 磷钼酸喹啉称量法	
8	YS/T 1028.4—2015	磷酸铁锂化学分析方法 第 4 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法	
9	YS/T 1028.5—2015	磷酸铁锂化学分析方法 第 5 部分：钙、镁、锌、铜、铅、铬、钠、铝、镍、钴、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法	
10	GB/T 42161—2022	磷酸铁锂电化学性能测试 首次放电比容量及首次充放电效率测试方法	
11	GB/T 42260—2022	磷酸铁锂电化学性能测试 循环寿命测试方法	
12	20232690-T-491	纳米磷酸铁锂	修订中
13	2022-0061-YS	磷酸铁锂	
14	2022-1339T-SJ	锂离子电池回收利用 磷酸铁锂回收及修复	制定中

表 9 磷酸锰铁锂相关标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	20240002-T-610	磷酸锰铁锂	制定中
2	T/CSP 9—2022	颗粒技术 锂离子电池用磷酸锰铁锂	现行
3	T/CIAPS 0029—2023	锂离子电池用磷酸锰铁锂正极材料	
4	T/DCB 003—2023	锂离子电池正极材料 磷酸锰铁锂	

表 10 富锂锰基正极材料相关标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	YS/T 1030—2017	富锂锰基正极材料	现行
2	YS/T 1472.1—2021	富锂锰基正极材料化学分析方法 第 1 部分：锰含量的测定 电位滴定法	
3	YS/T 1472.2—2021	富锂锰基正极材料化学分析方法 第 2 部分：钴含量的测定 电位滴定法	
4	YS/T 1472.3—2021	富锂锰基正极材料化学分析方法 第 3 部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法	
5	YS/T 1472.4—2021	富锂锰基正极材料化学分析方法 第 4 部分：锂、镍、钴、钠、钾、铜、钙、铁、镁、锌、铝、硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法	
6	YS/T 1472.5—2021	富锂锰基正极材料化学分析方法 第 5 部分：氯含量的测定 氯化银比浊法	
7	YS/T 1472.6—2021	富锂锰基正极材料化学分析方法 第 6 部分：硫酸根含量的测定 离子色谱法	

2.11 锂离子电池正极材料通用标准

由于标准化主管部门提出标准整合精简的要求，对于一些锂离子电池正极材料通用的标准将以“锂离子电池正极材料”或“锂离子电池电极材料”为标准化主体，通过制定通用型标准达到精简标准数量的目的。目前，有 9 项锂离子电池正极材料通用标准，以及 9 项标准制定计划项目，见表 11。

3 国际标准发展现状

3.1 ISO/TC 333 锂国际标准化技术委员会

ISO/TC 333 锂国际标准化技术委员会成立于 2020 年，由中国承担秘书处工作。为了更好地开展锂离子电池正极材料的标准制订工作，ISO/TC 333 还组建了 ISO/TC 333/WG6

锂正极材料分析工作组。目前 ISO/TC 333 有 15 个在研标准计划，包括 1 项术语标准和 14 项测试方法标准，其中 3 项是专门针对锂离子电池正极材料的标准，即 ISO/TS 12467 系列标准，见表 12。

3.2 IEC/TC 113 国际电工委员会电工产品和系统纳米技术标准化委员会

IEC/TC 113 国际电工委员会电工产品和系统纳米技术标准化委员会专门设立了 WG 11 纳米储能工作组，讨论和制定纳米储能的现存标准化项目和新标准化项目。目前已发布或正在制定多项纳米储能材料相关的测试标准，即 IEC/TS 62607-4 系列标准。有 1 项在研的纳米正极材料的产品规范，即 IEC/TS 62565-5-6，见表 13。

表 11 锂离子电池正极材料通用标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	GB/T 43092—2023	锂离子电池正极材料电化学性能测试 高温性能测试方法	现行
2	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	
3	GB/T 33059—2016	锂离子电池材料废弃物回收利用的处理方法	
4	SJ/T 11795—2022	锂离子电池电极材料中磁性异物含量测试方法	
5	SJ/T 11793—2022	锂离子电池电极材料电化学性能测试方法	
6	SJ/T 11792—2022	锂离子电池电极材料导电性测试方法	
7	SJ/T 11794—2022	锂离子电池正极材料游离锂的测试方法	
8	HG/T 5545—2019	锂离子电池材料废弃物中镍含量的测定	
9	YS/T 1607—2023	锂离子电池正极材料前驱体行业绿色工厂评价要求	
10	20230123-T-610	锂离子电池正极材料 水分含量的测定 卡尔费休库伦法	制定中
11	20221460-T-610	锂离子电池正极材料 粉末电阻率测定	
12	20214500-T-610	锂离子电池正极材料 粉末压实密度的测定	
13	20240765-T-610	锂离子电池正极材料检测方法 浆料粘度的测定	
14	20240596-T-610	锂离子电池正极材料检测方法 晶体结构的测定 X 射线衍射法	
15	20240595-T-610	锂离子电池正极材料电化学性能测试 低温性能测试方法	
16	2024-0321T-SJ	锂离子电池正、负极材料 pH 值的测定	
17	2024-0322T-SJ	锂离子电池正、负极材料比表面积的测定 气体物理吸附法	
18	2023-1435T-YS	锂离子电池正极材料再生原料比例核算与报告要求	

表 12 ISO/TC 333 关于正极材料的标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	ISO/CD 12467-1	锂复合氧化物的化学分析方法—第 1 部分：主要成分的测定	制定中
2	ISO/AWI 12467-2	锂复合氧化物的化学分析方法—第 2 部分：微量元素的测定	
3	ISO/AWI 12467-3	锂复合氧化物的化学分析方法—第 3 部分：碳酸锂和氢氧化锂含量的测定	

表 13 IEC/TC 113 关于纳米正极材料的标准

序号	标准号 / 计划号	标准名称	状态
1	IEC/TS 62607-4-1:2015	纳米制造—关键控制特性—第 4-1 部分：纳米储能用纳米正极材料—电化学性能测试，两电极电池法	现行
2	IEC/TS 62607-4-2:2016	纳米制造—关键控制特性—第 4-2 部分：纳米储能—纳米正极材料的物理特性，密度测试	
3	IEC/TS 62607-4-3:2015	纳米制造—关键控制特性—第 4-3 部分：纳米储能—纳米材料的接触电阻率和涂层电阻率测试	
4	IEC/TS 62607-4-4:2016	纳米制—关键控制特性—第 4-4 部分：纳米储能—纳米材料的热性能测试，针刺法	
5	IEC/TS 62607-4-5:2017	纳米制造—关键控制特性—第 4-5 部分：纳米储能用纳米正极材料—电化学性能测试，三电极电池法	
6	IEC/TS 62607-4-6:2018	纳米制造—关键控制特性—第 4-6 部分：纳米储能装置—纳米电极材料的碳含量测定，红外吸收法	
7	IEC/TS 62607-4-8:2020	纳米制造—关键控制特性—第 4-8 部分：纳米储能—纳米电极材料中水分含量的测定，卡尔·费休法	
8	IEC/TS 62607-4-12	纳米制造—关键控制特性—第 4-12 部分：纳米储能—正极活性材料的铁含量测定：电位滴定法	制定中
9	IEC/TS 62565-5-6	纳米制造—产品规范—第 5-6 部分：纳米储能—空白详细规范：锂离子电池用磷酸盐系正极活性材料	

4 发展趋势分析与建议

在中国，锂离子电池正极材料标准朝着两个方向发展，即对现有产品配套标准的查漏补缺以及对现有产品种类的细分。标准体系的不断完善有助于推动产品质量的提升、市场的规范化和良性循环。近年来，以“锂离子电池正极材料”

或“锂离子电池电极材料”为前缀的现行标准或标准制定计划项目数量在增加，预示着对于锂离子电池正极材料相关测试标准正在往整合精简方向发展。另外，为早日实现“碳达峰”“碳中和”目标规划，预期未来也会有更多关于正极材料的“双碳”标准需求。

国际上，锂离子正极材料的标准体系尚处于起步阶段，

相关标准以测试方法类为主,涉及的标委有 ISO/TC 333 和 IEC/TC 113, IEC/TC113 在产品标准方面进行了初步探索,提出 1 项关于锂离子电池用磷酸盐系正极活性材料的产品空白详细规范。中国是提出锂离子电池正极材料国际标准新提案最活跃的国家之一,韩国、日本、德国也有相关新提案。随着新能源汽车在全球范围推广,未来将会有更多锂离子电池正极材料国际标准服务于市场。

5 结语

近年来,随着新能源汽车和储能产业的快速发展,锂离子电池的需求量越来越大,带动了正极材料的快速增长,各种新型正极材料纷纷涌现,国家标准和行业标准不断推陈出新,中国已构建起较为完善的锂离子电池正极材料标准体系。国际上,锂离子电池正极材料标准研制处于起步阶段。

中国在锂离子电池正极材料研发、生产规模上占有相对优势,建议政府部门引导龙头企业投入人力和物力进行国际标准化研究与布局,争取国际标准主导权,鼓励国内企业与国外龙头企业的先进企业标准接轨,提高标准的科学性、适用性和前瞻性,从而提高中国锂离子电池和正极材料在国际市场的竞争力,促进产业健康发展。

参考文献

- [1] 郁济敏.2023年锂电池行业发展形势与未来展望[J].电源技术,2024,48(4):550-553.
- [2] 中国锂离子电池正极材料行业发展白皮书(2024年)[Z].
- [3] 崔妍,张蕴,莫子璇.锂离子电池用正极材料标准体系现状研究 TM912[J].中国金属通报,2020(5):1-3.
- [4] 王灿,张健,黄天放,等.电力储能用锂离子电池标准化发展分析[J].标准科学,2024(4):68-75.