

ICS 77.150.99  
CCS H 69



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 45203—2024

## 锂离子电池用再生黑粉

Recycled black mass for lithium ion battery

2024-12-31 发布

2025-07-01 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。

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：广东邦普循环科技有限公司、衢州华友资源再生科技有限公司、格林美股份有限公司、宁波海关技术中心、深圳海关工业品检测技术中心、金川集团股份有限公司、江西赣锋锂业集团股份有限公司、广州海关技术中心、湖南邦普循环科技有限公司、宜昌邦普循环科技有限公司、湖南金凯循环科技股份有限公司、广东金晟新能源股份有限公司、湖南顺华锂业有限公司、赣州吉锐新能源科技股份有限公司、广西华友资源再生科技有限公司、荆门动力电池再生技术有限公司、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、矿冶科技集团有限公司、广东佳纳能源科技有限公司、安徽鲁控智造有限公司、贵州中伟资源循环产业发展有限公司、藤青青再生资源(上饶)有限公司、青岛海关技术中心、湖南先导新材料科技有限公司。

本文件主要起草人：李长东、余海军、刘凤梅、许开华、谢英豪、阮丁山、刘志鹏、俞雄飞、余淑媛、马婷、李强、王志刚、魏琼、冯均利、贺建军、梁悦锋、杨炳红、曹笃盟、唐红辉、周游、谭静进、丁斌、胡雷、陈婷、黄冬波、韩旗英、肖骁、颜群轩、李斌、陈珍华、揭晓武、刘琳波、王磊、王伟东、冯真真、吴孝宝。



# 锂离子电池用再生黑粉

## 1 范围

本文件规定了锂离子电池用再生黑粉的分类和分级、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件。

本文件适用于锂离子电池废料回收制得并用于后续再生利用的电池黑粉。

## 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 191 包装储运图示标志

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

YS/T 1342(所有部分) 二次电池废料化学分析方法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**锂离子电池废料** **lithium ion battery scraps**

废旧的锂离子电池及其废原材料。

注:包括工业生产过程中产生的报废锂离子电池、报废的半成品和废原材料,以及日常生活或者流通领域中产生的失去使用价值的锂离子电池。

### 3.2

**黑粉** **black mass**

以锂离子电池废料为原料,经放电、拆解、热解、破碎和分选等工序处理后,得到的以锂、镍、钴等一种或多种有价成分构成的黑色或灰黑色粉料。

[来源:QC/T 1156—2021,3.4,有修改]

### 3.3

**酸不溶物** **acid-insoluble substance**

黑粉中不溶于酸的物质。

注:包括石墨、隔膜、粘结剂等夹杂物。



## 4 分类和分级

### 4.1 分类

根据生产产品的原料中正极材料种类的不同,将产品分为Ⅰ类、Ⅱ类:

——Ⅰ类:以含有镍或(和)钴元素的锂离子电池废料为原料生产的产品;

——Ⅱ类:以含有磷酸铁锂的锂离子电池废料为原料生产的产品。

## 4.2 分级

根据生产产品的原料来源的不同,将产品分为一级、二级:

——一级:以正极极片废料为原料生产的产品;

——二级:以废旧电池废料为原料生产的产品。

## 5 技术要求

### 5.1 化学成分

5.1.1 产品的主元素含量和水溶性氟化物含量应符合表 1 的规定。

表 1 化学成分(干基)

化学成分(质量分数)/%	I 类		II 类	
	一级	二级	一级	二级
锂	≥6.00	≥3.50	≥4.00	≥2.00
镍钴总量	≥45.00	≥25.00	≤1.00	
铁	—		≥28.00	≥18.00
磷	≤0.80		≥15.00	≥10.00
锰	—		—	
水溶性氟化物	≤0.10	≤0.40	≤0.10	≤0.10

5.1.2 产品中水浸出性总有机碳(TOC)宜不大于 0.10%。

5.1.3 一级产品中酸不溶物宜不大于 5.00%, I 类二级产品中酸不溶物宜不大于 40.00%, II 类二级产品中酸不溶物宜不大于 45.00%。

### 5.2 干燥失重量

产品中的干燥失重量宜不大于 2.0%。

### 5.3 混入物或夹杂物

5.3.1 产品中不应混入其他废料。I 类产品主元素锂与镍钴锰含量的摩尔比应在 0.95~1.10 之间, II 类产品主元素锂与磷、锂与铁的摩尔比应分别在 0.95~1.10 之间;同时,锌含量应不大于 0.10%,铅、镉、铬、砷含量应分别不大于 0.01%。

5.3.2 无目视可见夹杂物,产品 60 目筛上物质量分数应不大于 1.0%。

## 6 试验方法

### 6.1 化学成分

6.1.1 产品中镍、钴、锰、锂、磷、铁含量的测定方法见附录 A 或分别按照 YS/T 1342(所有部分)、附录 B、附录 C 的规定进行。仲裁时,产品主元素镍、钴、锰、锂含量按 YS/T 1342(所有部分)的规定进行,

产品主元素磷、铁含量分别按照附录 B 和附录 C 的规定进行。

6.1.2 产品中水溶性氟化物含量的测定按照附录 D 的规定进行。

6.1.3 产品中水浸出性总有机碳(TOC)含量的测定方法见附录 E。

6.1.4 产品中酸不溶物含量的测定方法见附录 F。

## 6.2 干燥失重量

产品中干燥失重量的测定方法见附录 G。

## 6.3 混入物或夹杂物

6.3.1 产品主元素摩尔比计算方法见附录 H。产品中锌、铅、铬、镉、砷含量的测定方法见附录 A。

6.3.2 夹杂物由目视法检测,产品粒度的测定方法见附录 I。

## 7 检验规则

### 7.1 检查与验收

7.1.1 产品由供方或第三方检验部门进行检验,供方应保证产品质量符合本文件的规定。

7.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验,如检验结果与本文件的规定不符时,应在收到产品之日起 30 d 内向供方提出,由供需双方协商解决。如需仲裁,应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

### 7.2 组批

每批产品应由同一类别、同一品级的产品组成,每批产品不超过 32 t,组批方式按供方来料批次进行或由供需双方现场协商确定。

### 7.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、干燥失重量、混入物或夹杂物的检验。

### 7.4 取样

7.4.1 产品的取样应符合表 2 的规定。

表 2 取样

检验项目	取样规定	技术要求的章条号	试验方法的章条号
化学成分	7.4.2~7.4.4	5.1	6.1
干燥失重量		5.2	6.2
混入物或夹杂物		5.3	6.3

7.4.2 每批产品按包装数量不少于 50% 随机取样且取样袋数不小于 10 袋;包装数量小于 10 袋时应每袋取样。

7.4.3 取样时,每袋抽取份样的点位应按包装袋侧面任一对角线均匀分布成顶部、中间、底部三个点,样钎(规格:长约 800 mm,内径  $\varphi$  约 50 mm $\pm$ 2 mm)应平插入至料层深度的 3/4 处采样,将样钎旋转 180°抽出,样钎装料应饱满。每钎样品应及时装入塑料袋中并封口。

7.4.4 每批次的所有样品应充分混匀,每份样品按四分法缩分为4份,每份不少于2 kg,分别装至4个洁净密封容器中,并附以标签(注明编号、类别、品级、产地、取样和制样人员、取样日期、分析项目)。一份为验收分析样,一份为需方样,一份为供方样,一份双方现场签字确认为仲裁样。仲裁样由需方保存,保存期限一般为三个月。

## 7.5 检验结果的判定

7.5.1 检验结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约,并采用修约值比较法判定。

7.5.2 任有一项指标检验结果不符合本文件要求时,判该批产品不合格。

## 8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

### 8.1 标志

产品外包装袋上应有牢固清晰的标志。内容包括:供方名称、厂址、产品名称、类别、品级、净重、批号、生产日期、本文件编号,并有 GB/T 191 中规定的“怕雨”标志。

### 8.2 包装

产品采用集装袋(吨袋)内衬聚乙烯薄膜袋双层包装,并封口。每袋净重为 0.8 t~1.2 t。或根据需方要求协商确定包装方式。

### 8.3 运输

产品在运输过程中应做好防护,防止包装破裂、渗漏及抛撒、雨水浸湿、阳光暴晒等,且应与其他物品分开堆放运输。

### 8.4 贮存

产品应贮存在干燥、通风、无腐蚀性物品的库房中,不应与酸、碱、油类等化学品混贮,且防止雨淋、腐蚀、受潮等。

### 8.5 随行文件

每批产品应附上随行文件,其上注明:

- a) 供方名称
- b) 产品名称;
- c) 产品类别和品级;
- d) 化学成分;
- e) 净重;
- f) 包装要求;
- g) 供方质检部门的检印;
- h) 本文件编号。



## 附录 A

(资料性)

锂离子电池用再生黑粉中镍、钴、锰、锂、磷、铁、锌、铅、镉、铬和砷含量的测定  
电感耦合等离子体发射光谱法

## A.1 原理

试料用盐酸-硝酸混合酸溶解,在硝酸介质中,于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定镍、钴、锰、锂、磷、铁、锌、铅、镉、铬、砷的发射强度,在工作曲线上查得各元素浓度并计算质量分数。

## A.2 试剂

除非另有说明,本附录所用试剂均为分析纯及以上纯度的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

A.2.1 硝酸(1+1)。

A.2.2 盐酸-硝酸混合酸:3份体积盐酸( $\rho \approx 1.19 \text{ g/mL}$ )+1份体积硝酸( $\rho \approx 1.42 \text{ g/mL}$ ),混匀。

A.2.3 镍标准贮存溶液:国家有证标准溶液,此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

A.2.4 钴标准贮存溶液:国家有证标准溶液,此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。

A.2.5 锰标准贮存溶液:国家有证标准溶液,此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

A.2.6 锂标准贮存溶液:国家有证标准溶液,此溶液 1 mL 含 1 mg 锂。

A.2.7 磷标准贮存溶液:国家有证标准溶液,此溶液 1 mL 含 1 mg 磷。

A.2.8 铁标准贮存溶液:国家有证标准溶液,此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

A.2.9 锌标准贮存溶液:国家有证标准溶液,此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

A.2.10 铅标准贮存溶液:国家有证标准溶液,此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

A.2.11 镉标准贮存溶液:国家有证标准溶液,此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

A.2.12 铬标准贮存溶液:国家有证标准溶液,此溶液 1 mL 含 1 mg 铬。

A.2.13 砷标准贮存溶液:国家有证标准溶液,此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

A.2.14 镍、钴、锰混合标准溶液:各移取 10.00 mL 镍标准贮存溶液(A.2.3)、钴标准贮存溶液(A.2.4)、锰标准贮存溶液(A.2.5)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含镍、钴、锰各 100  $\mu\text{g}$ 。

A.2.15 铁、锂混合标准溶液:各移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(A.2.8)、锂标准贮存溶液(A.2.6)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铁、锂各 100  $\mu\text{g}$ 。

A.2.16 磷、锌、铅、镉、铬、砷混合标准溶液:各移取 10.00 mL 磷标准贮存溶液(A.2.7)、锌标准贮存溶液(A.2.9)、铅标准贮存溶液(A.2.10)、镉标准贮存溶液(A.2.11)、铬标准贮存溶液(A.2.12)、砷标准贮存溶液(A.2.13)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含磷、锌、铅、镉、铬、砷元素各 100  $\mu\text{g}$ 。

A.2.17 锂标准溶液:移取 10.00 mL 锂标准贮存溶液(A.2.6)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锂 100  $\mu\text{g}$ 。

A.2.18 磷、铁混合标准溶液:各移取 10.00 mL 磷标准贮存溶液(A.2.7)、铁标准贮存溶液(A.2.8)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含磷、铁各 100  $\mu\text{g}$ 。

A.2.19 锌、铅、镉、铬、砷、镍、钴、锰混合标准溶液:各移取 10.00 mL 锌标准贮存溶液(A.2.9)、铅标准贮存溶液(A.2.10)、镉标准贮存溶液(A.2.11)、铬标准贮存溶液(A.2.12)、砷标准贮存溶液(A.2.13)、镍标准贮存溶液(A.2.3)、钴标准贮存溶液(A.2.4)、锰标准贮存溶液(A.2.5)置于 100 mL 容量瓶中,用水

稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锌、铅、镉、铬、砷、镍、钴、锰元素各 100  $\mu\text{g}$ 。

### A.3 仪器设备

A.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。标准溶液配制和上机测试溶液硝酸体积分数 2%。参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 参考工作条件

RF 功率 W	辅助器流量 L/min	雾化器气体流量 L/min	泵速 r/min	冲洗时间 s	曝光时间 s
1150	0.5	0.65	45	30	15

A.3.2 推荐的分析谱线见表 A.2。

表 A.2 推荐的分析谱线

元素	分析谱线 nm
镍	216.556、221.648
钴	228.615、237.862
锰	257.610、259.373
锂	610.362、670.784
磷	178.284、214.914
铁	259.940、240.488
锌	206.200
铅	182.143、182.205
镉	214.438、228.802
铬	283.563、284.984
砷	188.980、189.042

### A.4 样品

样品粒度应不大于 0.25 mm。

### A.5 试验步骤

#### A.5.1 试料

##### A.5.1.1 常规消解

称取 2.00 g 样品(A.4),精确至 0.000 1 g。

### A.5.1.2 微波消解

称取 0.10 g 样品(A.4),精确至 0.000 1 g。

### A.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

### A.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### A.5.4 测定

#### A.5.4.1 常规消解

A.5.4.1.1 将试料(A.5.1.1)置于 1 000 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 60 mL 盐酸-硝酸混合酸(A.2.2),加盖表面皿,加热至完全溶解,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,得到试液 1。

A.5.4.1.2 滤纸过滤试液 1(A.5.4.1.1),得到滤液。分取 2.00 mL 试液 1(A.5.4.1.1)滤液置于 200 mL 容量瓶中,加入 8 mL 硝酸(A.2.1),用水稀释至刻度,混匀,得到试液 2(其稀释倍数为 100 倍)。

A.5.4.1.3 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪(A.3.1)上,测定空白试液(A.5.3)、试液 1(A.5.4.1.1)滤液、试液 2(A.5.4.1.2)中镍、钴、锰、锂、磷、铁、锌、铅、镉、铬、砷的发射强度。从工作曲线上计算经空白校正的各被测元素的质量浓度( $\rho$ )。

#### A.5.4.2 微波消解

A.5.4.2.1 将试料(A.5.1.2)置于消解罐内,加入 10 mL 盐酸-硝酸混合酸(A.2.2),密封后放入微波消解仪中进行消解,消解完成后,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,得试液 3。

A.5.4.2.2 滤纸过滤试液 3(A.5.4.2.1),得到滤液。分取 5.00 mL 试液 3(A.5.4.2.1)滤液置于 200 mL 容量瓶中,加入 8 mL 硝酸(A.2.1),用水稀释至刻度,混匀,得到试液 4(其稀释倍数为 40 倍)。

A.5.4.2.3 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪(A.3.1)上,测定空白试液(A.5.2)、试液 3(A.5.4.2.1)滤液、试液 4(A.5.4.2.2)中镍、钴、锰、锂、磷、铁、锌、铅、镉、铬、砷的发射强度。从工作曲线上计算经空白校正的各被测元素的质量浓度( $\rho$ )。

## A.6 工作曲线的绘制

### A.6.1 I 类黑粉

A.6.1.1 分别移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铁、锂混合标准溶液(A.2.15)置于一组 100 mL 的容量瓶中,分别移取 0 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.00 mL、16.00 mL 镍、钴、锰混合标准溶液(A.2.14)置于上述一组 100 mL 的容量瓶中,分别移取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL 磷、锌、铅、镉、铬、砷混合标准溶液(A.2.16)置于上述一组 100 mL 的容量瓶中,各加入 4 mL 硝酸(A.2.1),用水稀释至刻度,混匀,移入干燥聚乙烯瓶中。

A.6.1.2 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定系列标准溶液中镍、钴、锰、锂、磷、铁、锌、铅、镉、铬、砷的发射强度,以待测元素的质量浓度为横坐标,对应的发射强度(减去“零”溶液的激发强度)为纵坐标,绘制工作曲线。

## A.6.2 II类黑粉

A.6.2.1 分别移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 锂标准溶液(A.2.17)置于一组 100 mL 的容量瓶中,分别移取 0 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.00 mL、16.00 mL 磷、铁混合标准溶液(A.2.18)置于上述一组 100 mL 的容量瓶中,分别移取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL 锌、铅、镉、铬、砷、镍、钴、锰混合标准溶液(A.2.19)置于上述一组 100mL 的容量瓶中,各加入 4 mL 硝酸(A.2.1),以水稀释至刻度,混匀,移入干燥聚乙烯瓶中。

A.6.2.2 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定系列标准溶液中镍、钴、锰、锂、磷、铁、锌、铅、镉、铬、砷的发射强度,以待测元素的质量浓度为横坐标,对应的发射强度(减去“零”溶液的激发强度)为纵坐标,绘制工作曲线。

## A.7 试验数据处理

各待测元素含量以该元素的质量分数  $w_x$  计,按式(A.1)计算:

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \cdot V_1 \cdot n \times 10^{-6}}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$x$  —— 镍、钴、锰、锂、磷、铁、锌、铅、铬、镉、砷;

$\rho_1$  —— 测定试液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$\rho_2$  —— 空白试液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$V_1$  —— 测定试液定容的体积,单位为毫升(mL);

$n$  —— 测定试液稀释倍数;

$m_1$  —— 试料的质量,单位为克(g)。

主元素含量计算结果保留至小数点后两位,杂质元素含量计算结果保留至小数点后四位。

## 附 录 B

(规范性)

## 锂离子电池用再生黑粉中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法

## B.1 原理

在酸性介质中,正磷酸根与喹钼柠酮沉淀剂反应生成黄色磷钼酸喹啉沉淀,经过滤、洗涤、干燥、称量,求出磷含量。

## B.2 试剂和材料

除非另有说明外,本附录所用试剂均为分析纯及以上纯度的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

**B.2.1** 盐酸( $\rho \approx 1.19$  g/mL)。

**B.2.2** 喹钼柠酮试剂,按如下步骤配制:

- 溶液 A——称取 70 g 二水合钼酸钠( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )于 400 mL 烧杯中,用 100 mL 水溶解;
- 溶液 B——称取 60 g 一水合柠檬酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )于 1 000 mL 烧杯中,用 150 mL 水溶解,加入 85 mL 硝酸( $\rho \approx 1.42$  g/mL);
- 溶液 C——将溶液 A 加到溶液 B 中,混匀;
- 溶液 D——将 35 mL 硝酸( $\rho \approx 1.42$  g/mL)和 100 mL 水在 400 mL 烧杯中混匀,加入 5 mL 喹啉;
- 溶液 E——将溶液 D 加到溶液 C 中,混匀。静置过夜,用玻璃坩埚或滤纸过滤,于滤液中加入 280 mL 丙酮,用水稀释至 1 000 mL,贮存于聚乙烯瓶或桶中。

注:该试剂暗处贮存,避光避热。

## B.3 仪器设备

**B.3.1** 烘箱:附温度自动控制器,可控制温度  $180\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 。

**B.3.2** 玻璃砂芯坩埚:G4, 30 mL。

## B.4 样品

样品粒度应不大于 0.25 mm。

## B.5 试验步骤

## B.5.1 试料

称取 3.00 g 样品(B.4),精确至 0.000 1 g。

## B.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

## B.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

## B.5.4 测定

**B.5.4.1** 将试料(B.5.1)置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加盖表面皿,加入 25 mL 盐酸(B.2.1),立

即加盖表面皿,轻晃混匀,若有剧烈反应则待剧烈反应结束后掀开表面皿,用玻璃棒充分搅拌分散,加水至烧杯 100 mL 刻度线,再次加盖表面皿,在 200 °C±5 °C 电热板上加热 20 min,冷却至室温,用少量水吹洗表面皿,用快速滤纸过滤,并用水洗涤烧杯及滤纸 5 次~7 次,滤液收集于 250 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀,待用。此为待测试液 A,同时用于铁含量的测定。

**B.5.4.2** 按表 B.1 移取相应体积的待测试液 A(B.5.4.1)至 250 mL 烧杯中,用水稀释至 50 mL,盖上表面皿,轻晃混匀,在通风橱内于 200 °C±5 °C 电热板上加热煮沸,用量筒加 50 mL 喹钼柠酮试剂(B.2.2),于 200 °C 电热板上加热保持微沸 5 min,静置冷却至室温。用预先干燥至恒重的玻璃砂芯坩埚(B.3.2)抽滤,先将上层清液滤完,用倾泻法洗涤沉淀 5 次~6 次,每次用水约 20 mL,将沉淀转移至玻璃砂芯坩埚中,继续用水洗涤 3 次~4 次。将玻璃砂芯坩埚连同沉淀置于 180 °C±5 °C 烘箱(B.3.1)内,烘至 45 min 后取出置于干燥器中冷却 30 min,称量。

表 B.1 移取体积

磷的质量分数 %	移取体积 mL
6.00~12.00	10.00
>12.00~25.00	5.00

**B.6 试验数据处理**

磷含量以磷的质量分数  $\omega_p$  计,按式(B.1)计算:

$$\omega_p = \frac{[(m_2 - m_3) - (m_4 - m_5)] \times 0.0140 \times V_2}{m_6 \times V_3} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$



式中:

- $m_2$  ——磷钼酸喹啉沉淀和坩埚的质量,单位为克(g);
- $m_3$  ——坩埚的质量,单位为克(g);
- $m_4$  ——空白试验沉淀和坩埚的质量,单位为克(g)。
- $m_5$  ——空白试验坩埚的质量,单位为克(g);
- 0.0140 ——磷钼酸喹啉换算成磷的换算因数;
- $V_2$  ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- $m_6$  ——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)。

计算结果保留至小数点后两位。

**B.7 精密度**

实验室内与实验室间的重复性条件和再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,其相对差值不超过表 B.2 所列允许差,超过的情况不超过 5%。

表 B.2 允许差

磷的质量分数 %	允许差 %
6.00~12.00	0.20
>12.00~25.00	0.30

## 附 录 C

(规范性)

## 锂离子电池用再生黑粉中铁含量的测定 三氯化钛还原—重铬酸钾滴定法

## C.1 原理

试料以盐酸溶解后,以钨酸钠为指示剂,用三氯化钛将少量三价铁还原成二价铁至生成“钨蓝”,以重铬酸钾标准溶液氧化过量的三价钛,在硫酸-磷酸介质中,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定二价铁。

## C.2 试剂和材料

除非另有说明外,本附录所用试剂均为分析纯及以上纯度的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

C.2.1 盐酸( $\rho \approx 1.19$  g/mL)。

C.2.2 硫酸-磷酸混合酸:将 15 mL 硫酸( $\rho \approx 1.84$  g/mL)缓慢加至 70 mL 水中,冷却后加入 15 mL 磷酸( $\rho \approx 1.69$  g/mL)混匀。

C.2.3 三氯化钛溶液(1+9):取 10 mL 三氯化钛溶液(质量分数约 15% 的三氯化钛溶液),加入 30 mL 盐酸(1+1),加水稀释至 100 mL,混匀。

C.2.4 重铬酸钾标准滴定溶液[ $c_{1/6K_2Cr_2O_7} \approx 0.0500$  mol/L]:称取 2.4516 g 基准重铬酸钾(预先经 140 °C~150 °C 烘干 2 h 后,置于干燥器中,冷却至室温),将其溶于水后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

C.2.5 钨酸钠溶液(10%):称取 10 g 钨酸钠溶于适量水中,加入 5.00 mL 磷酸( $\rho \approx 1.69$  g/mL),用水稀释至 100 mL,混匀。

C.2.6 二苯胺磺酸钠指示剂溶液(5 g/L):称取 0.50 g 二苯胺磺酸钠溶于水中,用水稀释至 100 mL,混匀,保存在棕色瓶中。

## C.3 仪器设备

数显瓶口滴定器或酸式滴定管,25 mL。

## C.4 样品

样品粒度应不大于 0.25 mm。

## C.5 试验步骤

## C.5.1 试料

称取 3.00g 样品(C.4),精确至 0.000 1 g。

## C.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

## C.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

## C.5.4 测定

C.5.4.1 将试料(C.5.1)置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 25 mL 盐酸(C.2.1),立即加盖表面

皿,轻晃混匀,若有剧烈反应则待剧烈反应结束后掀开表面皿,加水至烧杯 100 mL 刻度线,再次加盖表面皿,在 200 °C±5 °C 电热板上加热 20 min,冷却至室温,用少量水吹洗表面皿,用快速滤纸过滤,并用水洗涤烧杯及滤纸 5 次~7 次,滤液收集于 250 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀,待用。此为待测液 A,同时用于磷含量的测定。

**C.5.4.2** 按表 C.1 移取一定体积的待测液 A(C.5.4.1)至 250 mL 烧杯中,用少量水冲洗锥形瓶内壁,加入 5 mL 盐酸(C.2.1),在通风柜中于电热板上加热至近沸,趁热边摇动锥形瓶边逐滴加入 4 滴钨酸钠溶液(C.2.5),边摇动边滴加三氯化钛溶液(C.2.3),至溶液呈浅蓝色。放置于冷水槽中冷却至室温,用重铬酸钾标准滴定溶液(C.2.4)滴定至蓝色刚好褪去(试液中铜浓度较高时,即使不滴加重铬酸钾蓝色也会很快褪去),不计重铬酸钾标准滴定溶液(C.2.4)的消耗体积。加入 50 mL 水、10 mL 硫酸-磷酸混合酸(C.2.2)、4 滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(C.2.6),用重铬酸钾标准滴定溶液(C.2.4)滴定至稳定的紫色(30 s 不消失)为终点。

表 C.1 移取体积

铁的质量分数 %	移取体积 mL
10.00~20.00	25.00
>20.00~45.00	10.00

## C.6 试验数据处理

铁含量以铁的质量分数  $w_{\text{Fe}}$  计,按式(C.1)计算:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{c \times (V_4 - V_5) \times M_{\text{Fe}} \times V_6}{m_7 \times V_7 \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- $c$  ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
  - $V_4$  ——滴定试液所消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
  - $V_5$  ——滴定空白溶液所消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
  - $M_{\text{Fe}}$  ——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[ $M_{\text{Fe}} = 55.85 \text{ g/mol}$ ];
  - $V_6$  ——试液总体积,单位为毫升(mL);
  - $m_7$  ——试料的质量,单位为克(g);
  - $V_7$  ——测定时分取试液体积,单位为毫升(mL)。
- 计算结果保留至小数点后两位。

## C.7 精密度

实验室内与实验室间的重复性条件和再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,其相对差值不超过表 C.2 所列允许差,超过的情况不超过 5%。

表 C.2 允许差

铁的质量分数 %	允许差 %
10.00~20.00	0.30
>20.00~45.00	0.40

## 附录 D

(规范性)

### 锂离子电池用再生黑粉中水溶性氟化物含量的测定 氟离子选择性电极法

#### D.1 原理

将试料和水按 1:10 混合后,在全自动翻转振荡仪上振荡,过滤后得到滤液,用氟离子选择电极法测试该滤液中的氟化物(以氟离子计)。

#### D.2 试剂和材料

除非另有说明外,本附录所用试剂均为分析纯及以上纯度的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

D.2.1 氟标准贮存溶液 I:国家有证标准溶液,1 000 mg/L。

D.2.2 氟标准贮存溶液 II:移取 10 mL 氟标准贮存溶液 I (D.2.1)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液中氟的浓度为 100 mg/L。

D.2.3 氟标准贮存溶液 III:移取 10 mL 氟标准贮存溶液 II (D.2.2)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液中氟的浓度为 10 mg/L。

D.2.4 总离子强度调节剂(TISAB):称取 58.8 g 柠檬酸三钠和 85 g 硝酸钠,溶解于 800 mL 水中,用硝酸( $\rho \approx 1.42$  g/mL)调节 pH 为 5.0~6.0,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

#### D.3 仪器设备

D.3.1 离子计:配备氟离子选择电极,显示精度 0.01 mV。

D.3.2 全自动翻转式振荡器:转速为 30 r/min $\pm$ 2 r/min 的翻转式装置。

D.3.3 提取瓶:具旋盖和内盖的广口瓶,2 L,由不能浸出或吸附所含成分的惰性材料(玻璃或聚乙烯等)制成。

D.3.4 天平:最大量程不小于 110 g,感量不低于 $\pm$ 0.01 g。

D.3.5 移液器:可调节。最大量程 10 mL,精度 0.01 mL。

#### D.4 样品

样品粒度应不大于 0.25 mm。

#### D.5 试验步骤

##### D.5.1 试料

称取 100 g 样品(D.4),精确至 0.01 g。

##### D.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

##### D.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

##### D.5.4 测定

D.5.4.1 将试料(D.5.1)置于 2 L 提取瓶(D.3.3)中,用量筒及移液器(D.3.5)按固液比 1:10 准确量取

相应的水加入到提取瓶中,盖紧内盖,拧紧瓶盖后垂直固定在全自动翻转式振荡器(D.3.2)上。

D.5.4.2 将振荡频次设置为 30 r/min,时间设置为 18 h±0.5 h,启动全自动翻转式振荡器(D.3.2)。

D.5.4.3 待振荡完毕后,将浸提瓶取下,将试料摇匀,用慢速定量滤纸过滤,弃去约 10 mL 初滤液,继续过滤,得到的滤液为待测试液 B,同时用于水浸出性 TOC 的测定。

D.5.4.4 准确移取 1.00 mL 的待测试液 B(D.5.4.3)于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 总离子强度调节剂(D.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

D.5.4.5 将溶液倒入洁净干燥的 100 mL 烧杯中,放入搅拌子,置于磁力搅拌器上,插入氟离子选择电极和甘汞电极,测定溶液电位值,根据氟离子工作曲线计算氟离子浓度。

D.5.5 工作曲线绘制

D.5.5.1 分别于 6 个 50 mL 容量瓶中加入 10 mL 总离子强度调节剂(D.2.4),前 3 个容量瓶依次分别加入 0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL 氟标准贮存溶液 III (D.2.3),后 3 个容量瓶依次分别加入 2.50 mL、5.00 mL、15.00 mL 氟标准贮存溶液 II (D.2.2),用水稀释至刻度,混匀。

D.5.5.2 按氟离子浓度从低到高,将溶液倒入洁净干燥的 100 mL 烧杯中,放入搅拌子,置于磁力搅拌器上,插入氟离子选择电极和甘汞电极,测试溶液电位值。当电位值达到平衡时(电位变化在 5 min 内不大于 0.5 mV)停止搅拌,并记录电位值  $E_x$ ,以氟离子浓度  $\rho_F$  的对数为横坐标,相应的电位值为纵坐标,绘制  $E_x(\text{mV})-\log\rho_F(\text{mg/L})$  工作曲线。

D.6 试验数据处理

水溶性氟化物(以氟离子计)的含量以其质量分数  $\omega_{\text{水溶性氟化物}}$  计,按式(D.1)计算:

$$\omega_{\text{水溶性氟化物}} = \frac{(\rho_3 - \rho_4) \cdot V_8 \cdot V_9 \times 10^{-6}}{m_8 \cdot V_{10}} \times 100\% \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

- $\rho_3$  —— 试液中 F 元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $\rho_4$  —— 空白试液中 F 元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V_8$  —— 用于浸提的水的体积,单位为毫升(mL);
- $V_9$  —— 待测试液 B 定容的体积,单位为毫升(mL);
- $m_8$  —— 试料的质量,单位为克(g);
- $V_{10}$  —— 所移取的待测试液 B 的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留至小数点后四位。

D.7 精密度

实验室内与实验室间的重复性条件和再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,其相对差值不超过表 D.1 所列允许差,超过的情况不超过 5%。

表 D.1 允许差

水溶性氟化物含量 %	允许差 %
0.000 1~0.001	0.000 5
>0.001~0.01	0.001 5
>0.01~0.10	0.003 0
>0.10~0.40	0.005 0

## 附 录 E

(资料性)

## 锂离子电池用再生黑粉中水浸出性总有机碳含量的测定 燃烧氧化-非分散红外吸收法

## E.1 原理

将试料和水按 1:10 混合后,在全自动翻转振荡仪上振荡,过滤后得到滤液,用非分散红外吸收 TOC 分析仪测试该滤液中总有机碳的含量。

## E.2 试剂和材料

除非另有说明外,本附录所用试剂均为分析纯及以上纯度的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

**E.2.1** 盐酸(1+1)。

**E.2.2** 有机碳标准贮存溶液( $\rho=400$  mg/L):准确称取 0.850 2 g 邻苯二甲酸氢钾(预先在 110 °C~120 °C下干燥至恒重),置于烧杯中,加水溶解后,转移此溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。在 4 °C条件下可保存两个月。

**E.2.3** 无机碳标准贮存溶液( $\rho=400$  mg/L):准确称取 1.763 4 g 无水碳酸钠(预先在 105 °C下干燥至恒重)和 1.400 0 g 碳酸氢钠(预先在干燥器内干燥),置于烧杯内,加水溶解后,转移此溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。在 4 °C条件下可保存 14 天。

**E.2.4** 差减法标准使用液( $\rho_{\text{总碳}}=200$  mg/L, $\rho_{\text{无机碳}}=100$  mg/L):用单标线移液管分别吸取 25.00 mL 有机碳标准贮存溶液(E.2.2)和无机碳标准贮存溶液(E.2.3)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。在 4 °C条件下可保存 14 天。

## E.3 仪器设备

**E.3.1** 非分散红外吸收 TOC 分析仪。

**E.3.2** 全自动翻转式振荡器:转速为 30 r/min $\pm$ 2 r/min 的翻转式装置。

**E.3.3** 提取瓶:具旋盖和内盖的广口瓶,2 L,由不能浸出或吸附所含成分的惰性材料(玻璃或聚乙烯等)制成。

**E.3.4** 天平:最大量程不小于 110 g,感量不低于 $\pm 0.01$  g。

**E.3.5** 针头式过滤器:孔径 0.22  $\mu\text{m}$ ,材质聚四氟乙烯。

**E.3.6** 移液器:可调节。最大量程 10 mL,精度 0.01 mL。

**E.3.7** 超声波清洗器。

**E.3.8** 塑料注射器。

## E.4 样品

样品粒度应不大于 0.25 mm。



## E.5 试验步骤

## E.5.1 试料

称取 100 g 样品(E.4),精确至 0.01 g。

E.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

E.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

E.5.4 测定

E.5.4.1 将试料(E.5.1)置于 2 L 提取瓶(E.3.3)中,用量筒及移液器(E.3.6)按固液比 1:10 准确量取相应的水加入到提取瓶中,盖紧内盖,拧紧瓶盖后垂直固定在全自动翻转式振荡器(E.3.2)上。

E.5.4.2 将振荡频次设置为 30 r/min,时间设置为 18 h±0.5 h,启动全自动翻转式振荡器(E.3.2)。

E.5.4.3 待振荡完毕后,将浸提瓶取下,将试料摇匀,用慢速定量滤纸过滤,弃去初滤液,得到的滤液为待测试液 B。

E.5.4.4 用塑料注射器(E.3.8)吸取待测试液 B(E.5.4.3),接上针头式过滤器(E.3.5)后挤压过滤,得到清液。

E.5.4.5 准确移取 5.00 mL 的清液(E.5.4.4)于 100 mL 的容量瓶中,用盐酸(E.2.1)酸化至 pH 不大于 2,用水稀释至刻度,混匀,待测[若酸化时出现明显气泡,需用超声波清洗器(E.3.7)超声 2 min 后用水稀释至刻度,混匀,待测;若酸化后溶液变浑浊,则重新准确移取 5.00 mL 清液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,待测]。

E.5.4.6 待测试液(E.5.4.5)经曝气 30 s 后导入高温氧化炉,用非分散红外吸收 TOC 分析仪(E.3.1)的差减法模式测定 TOC,记录其相应的浓度。

E.5.5 工作曲线绘制

E.5.5.1 按 TOC 分析仪说明书设定条件参数进行调试。

E.5.5.2 在一组 7 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、40.00 mL、100.00 mL 差减法标准使用液(E.2.4),用水稀释至刻度,混匀。配制成总碳浓度为 0 mg/L、4.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、80.0 mg/L、200.0 mg/L 和无机碳浓度为 0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、100.0 mg/L 的系列标准溶液。按照 TOC 分析仪说明书绘制标准曲线(也可用固定浓度校准法绘制工作曲线)。

E.6 试验数据处理

水浸出性总有机碳(TOC)的含量以其质量分数  $w_{\text{水浸出性 TOC}}$  计,按式(E.1)计算:

$$w_{\text{水浸出性 TOC}} = \frac{(\rho_5 - \rho_6) \cdot V_{11} \cdot V_{12} \times 10^{-6}}{m_9 \cdot V_{13}} \times 100\% \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

- $\rho_5$  —— 试液中 TOC 的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $\rho_6$  —— 空白试液中 TOC 的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V_{11}$  —— 用于浸提的水的体积,单位为毫升(mL);
- $V_{12}$  —— 清液定容的体积,单位为毫升(mL);
- $m_9$  —— 试料的质量,单位为克(g);
- $V_{13}$  —— 所移取的清液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留至小数点后四位。

### E.7 精密度

实验室内与实验室间的重复性条件和再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,其相对差值不超过表 E.1 所列允许差,超过的情况不超过 5%。

表 E.1 允许差

水浸出性 TOC 含量 %	允许差 %
0.000 1~0.001	0.000 5
>0.001~0.01	0.003 0
>0.01~0.10	0.005 0

## 附录 F

(资料性)

## 锂离子电池用再生黑粉中酸不溶物含量的测定 重量法

## F.1 原理

试料用盐酸-硝酸混合酸溶解,加热煮沸,使用玻璃砂芯坩埚抽滤,沉淀经水洗后置于 120 °C 的电热恒温干燥箱内,干燥至恒重,计算酸不溶物的含量。

## F.2 试剂和材料

除非另有说明外,本附录所用试剂均为分析纯及以上纯度的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

**F.2.1 盐酸-硝酸混合酸:**3 份体积盐酸( $\rho \approx 1.19 \text{ g/mL}$ )+1 份体积硝酸( $\rho \approx 1.42 \text{ g/mL}$ )混合。

**F.2.2 硝酸银溶液(20 g/L):**称取 3 g 硝酸银溶解于 80 mL 水中,加入 1 mL 硝酸(1+1),用水稀释至 100 mL,如有浑浊则过滤使用,储存于棕色瓶中。

## F.3 仪器设备

**F.3.1 电热恒温干燥箱:**附温度自动控制器,能控制温度  $120 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ 。

**F.3.2 电子天平:**最大量程 220 g,感量不低于 0.000 1 g。

**F.3.3 干燥器。**

**F.3.4 玻璃砂芯坩埚:**G4,30 mL。

**F.3.5 电热板:**可调节温度至 250 °C。

## F.4 样品

样品粒度应不大于 0.25 mm。

## F.5 试验步骤

## F.5.1 试料

对于 I 类一级和 II 类一级产品,称取 5.00 g 样品(F.4),精确至 0.000 1 g;对于 I 类二级和 II 类二级产品,称取 1.00 g 样品(F.4),精确至 0.000 1 g。

## F.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

## F.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

## F.5.4 测定

**F.5.4.1** 将试料(F.5.1)置于 250 mL 烧杯中,用 20 mL 水润湿试料,盖上表面皿,缓慢加入 20 mL 盐酸-硝酸混合酸(F.2.1),于电热板(F.3.5)上加热煮沸 20 min~ 30 min,取下,冲洗表面皿,稍冷。

**F.5.4.2** 用已恒重(前后两次称重质量之差不大于 0.2 mg)的玻璃砂芯坩埚(F.3.4)抽滤,用水洗涤烧杯

(如酸不溶物粘壁,用带胶头的玻璃棒将其擦下),洗涤滤渣至滤出液用硝酸银溶液(F.2.4)检查无氯离子为止。将盛有酸不溶物的玻璃砂芯坩埚(F.3.4)置于 120 ℃ 的电热恒温干燥箱(F.3.1)中干燥 2 h。取出置于干燥器(F.3.3)中冷却至室温,称重。

**F.5.4.3** 再次置于 120 ℃ 的电热恒温干燥箱(F.3.1)中干燥 0.5 h,取出置于干燥器(F.3.3)中冷却至室温,称重,如此反复操作直至恒重(前后两次称重质量之差不大于 1 mg)。

## F.6 试验数据处理

酸不溶物的含量以其质量分数  $w_{\text{酸不溶物}}$  计,按式(F.1)计算:

$$w_{\text{酸不溶物}} = \frac{m_{10} - m_{11}}{m_{12}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (F.1)$$

式中: 

$m_{10}$ ——恒重后酸不溶物和玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

$m_{11}$ ——恒重后玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

$m_{12}$ ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后两位。当质量分数 < 0.10% 时,计算结果表示至小数点后三位;当质量分数 < 0.010% 时,计算结果表示至小数点后四位。

## 附录 G

(资料性)

### 锂离子电池用再生黑粉干燥失重量的测定 干燥失重法

#### G.1 原理

将一定量的试料置于烘箱内,于  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  烘干至恒重,测定质量损失,计算干燥失重量。

#### G.2 试剂和材料

除非另有说明外,本附录所用试剂均为分析纯及以上纯度的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

#### G.3 仪器设备

G.3.1 天平:最大量程 220 g,感量不低于 0.000 1 g。

G.3.2 电热恒温干燥箱:附温度自动控制器,能控制温度  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

G.3.3 干燥器。

G.3.4 称量瓶:直径 75 mm,高度 35 mm。

#### G.4 样品

样品粒度应不大于 0.25 mm。

#### G.5 试验步骤

##### G.5.1 试料

称取 10.00 g 样品(G.4),精确至 0.000 1 g。

##### G.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。



##### G.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

##### G.5.4 测定

G.5.4.1 将试料平铺于已在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  下恒重的称量瓶(G.3.4)中,盖紧盖子称量后,打开盖子,瓶盖斜盖在称量瓶(G.3.4)上。

G.5.4.2 将装有试料的称量瓶(G.3.4)放入  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  电热恒温干燥箱(G.3.2)中,加热干燥 1 h,取出,盖紧盖子,放入干燥器(G.3.3)内冷却 0.5 h 后取出称量。然后再次放入  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  电热恒温干燥箱中干燥 0.5 h,取出,盖紧盖子,放入干燥器内冷却 0.5 h 后再取出称量。如此重复,直至前后两次质量差不超过 5 mg 即为恒重。

#### G.6 试验数据处理

试料干燥失重以质量分数  $w_{\text{干燥失重}}$  计,按式(G.1)计算:

$$w_{\text{干燥失重}} = \frac{m_{13} - m_{14}}{m_{14} - m_{15}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (G.1)$$

式中：

$m_{13}$ ——称量瓶和干燥后试料的总质量,单位为克(g);

$m_{14}$ ——称量瓶和试料的总质量,单位为克(g);

$m_{15}$ ——干燥称量瓶的质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后两位。当质量分数小于 0.10% 时,计算结果表示至小数点后三位。当质量分数小于 0.010% 时,计算结果表示至小数点后四位。



附 录 H

(资料性)

锂离子电池用再生黑粉中主元素摩尔比计算方法

H.1 I类产品主元素锂与镍钴锰含量的摩尔比  $N_1$ 按式(H.1)计算:

$$\frac{1}{N_1} = \frac{w_{Ni}}{8.457 \times w_{Li}} + \frac{w_{Co}}{8.492 \times w_{Li}} + \frac{w_{Mn}}{7.916 \times w_{Li}} \dots\dots\dots (H.1)$$

式中:

- $w_{Li}$ 、 $w_{Ni}$ 、 $w_{Co}$ 、 $w_{Mn}$  —— I类产品中锂、镍、钴、锰的质量分数, %;
- 8.457 —— 镍对锂相对原子质量的比例;
- 8.492 —— 钴对锂相对原子质量的比例;
- 7.916 —— 锰对锂相对原子质量的比例。

H.2 II类产品主元素锂与铁含量的摩尔比  $N_2$ 按式(H.2)计算, II类产品主元素锂与磷含量的摩尔比  $N_3$ 按式(H.3)计算:

$$N_2 = \frac{8.048 \times w_{Li}}{w_{Fe}} \dots\dots\dots (H.2)$$

式中:

- $w_{Li}$  —— II类产品中锂的质量分数, %;
- $w_{Fe}$  —— II类产品中铁的质量分数, %;
- 8.048 —— 铁对锂相对原子质量的比例。

$$N_3 = \frac{4.463 \times w_{Li}}{w_P} \dots\dots\dots (H.3)$$

式中:

- $w_{Li}$  —— II类产品中锂的质量分数, %;
- $w_P$  —— II类产品中磷的质量分数, %;
- 4.463 —— 磷对锂相对原子质量的比例。

## 附 录 I

(资料性)

## 锂离子电池用再生黑粉粒度的测定 筛分称重法

## I.1 原理

称取一定重量的试料,在一定条件下用 60 目的筛子筛分,称量筛上物重量,计算其与试料总重量的比值。

## I.2 仪器设备

I.2.1 天平:感量 0.01 g,量程不小于 60 g。

I.2.2 天平:感量 0.001 g,量程不小于 60 g。

I.2.3 试样筛:60 目(孔径 0.25 mm),直径 20 cm~30 cm,配套接料底盘及盖子。

## I.3 样品

测试样品预先在 105℃±5℃温度下进行烘干 1 h 后称取。

## I.4 试验步骤

## I.4.1 试料

称取 50 g 样品(I.3),精确至 0.01 g。

## I.4.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

## I.4.3 测定

I.4.3.1 用天平(I.2.1)准确称取试料(I.4.1)于试样筛(I.2.3)中,盖上盖子,以 1 cm~10 cm 的振幅、100 r/m~1 500 r/m 的频率振荡 5 min,静置 1 min 后将接料底盘中的物料全部清出。继续振荡 1 min,静置 1 min 后用天平(I.2.2)称量接料底盘中的物料,如遇团聚或粘壁现象,可用羊毛刷反复轻刷,如此重复,直至接料底盘中物料质量小于 0.01 g。整个过程禁止挤压试料使其通过筛网。

I.4.3.2 将筛上物收集,用天平(I.2.2)称量,记录其质量。

## I.5 试验数据处理

筛上物含量以质量分数  $w_{\text{筛上物}}$  计,按式(I.1)计算:

$$w_{\text{筛上物}} = \frac{m_{16}}{m_{17}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (I.1)$$

式中:

$m_{16}$ ——60 目筛上物的质量,单位为克(g);

$m_{17}$ ——试料的总质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后两位。当质量分数小于 0.10% 时,计算结果表示至小数点后三位。

参 考 文 献

- [1] QC/T 1156—2021 车用动力电池回收利用 单体拆解技术规范
-





