YS

|  |  |
| --- | --- |
| **中华人民共和国工业和信息化部**  | 发布 |

202×-××-××实施

202×-××-××发布

电池级碳酸锂

Battery grade lithium carbonate

（预审稿）

YS/T 582－202X

代替 YS/T 582-2013

ICS 77.150.99

CCS H64

国家质量技术监督局 发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

焊管用锆带

（草案）

中华人民共和国有色金属行业标准

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。

本文件代替YS/T 582—2013《电池级碳酸锂》。本文件与YS/T 582-2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 更改了磁性异物的定义（见3.1，2013版的3.1）；
2. 增加了电池级碳酸锂的分类（见第4章）；
3. 更改了部分产品化学成分指标（见5.1，2013版的4.1）；
4. 增加了产品化学成分硼的指标（见5.1）
5. 更改了产品磁性异物的要求（见5.2，2013版的4.2）；
6. 更改了产品水分的要求（见5.3，2014版的4.3）；
7. 增加了烧失量的要求（见5.4）
8. 更改了产品粒度D50的要求（见5.5，2013版的4.4）；
9. 增加了产品粒度D99的要求（见5.5）；
10. 增加了产品的烧失量测定的试验方法（见6.4）；
11. 更改了每批产品的净重要求（见7.2，2013版的6.2）
12. 增加了检验项目及取样中的烧失量要求（见7.3，2013版的6.3）
13. 更改了取样器的描述（见7.4.1，2013版的6.3）；
14. 更改了取样数量的规定（见7.4.1，2013版的6.3）
15. 更改了检验结果的判定的规定（见7.5，2013版的6.4）
16. 更改了包装袋的规定（见8.2.1，2013版的7.2）
17. 更改了随行文件的要求（见8.3，2013版的7.5）
18. 更改了“电感耦合等离子体发射光谱法测定电池级碳酸锂中磁性异物含量”（见附录A）；
19. 增加了产品烧失量的测定方法（见附录B）。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件起草单位：天齐锂业股份有限公司、江西赣锋锂业股份有限公司、四川雅化实业集团股份有限公司、山东瑞福锂业有限公司、江苏容汇通用锂业股份有限公司、广东邦普循环科技有限公司、宜春银锂新能源有限责任公司、江西南氏锂电新材料有限公司、江西永兴特钢新能源科技有限公司、成都开飞高能化学工业有限公司。

本文件主要起草人： ×××、×××、

1. 本文件于2006年首次发布，本次为第二次修订。
2. 电池级碳酸锂
3. 范围

本文件规定了电池级碳酸锂的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本文件适用于以各种方法生产的电池级碳酸锂。

1. 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 6284 化工产品中水分测定的通用标准 干燥减量法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11064（所有部分） 碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法

GB/T 19077 粒度分布 激光衍射法

1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

磁性异物 magnetic impurity

能被铁磁体直接或间接吸附的物质。

注：主要指过渡元素铁、铬、镍、锌及其合金中带有磁性的物质。本文件中为铁、铬、镍、锌四种元素的合量。

4 分类

产品按化学成分分为三个牌号：Li2CO3-D1、Li2CO3-D2、Li2CO3-D3。

5 技术要求

5.1 化学成分

产品的化学成分应符合表1的规定。

表1 化学成分

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 牌号 | Li2CO3-D1 | Li2CO3-D2 | Li2CO3-D3 |
| 主成分，不小于，% | Li2CO3含量 | 99.5 | 99.5 | 99.5 |
| 杂质含量，不大于，% | Na | 0.005 | 0.020 | 0.025 |
| Mg | 0.001 | 0.005 | 0.008 |
| Ca | 0.002 | 0.005 | 0.008 |
| K | 0.001 | 0.005 | 0.010 |
| Fe | 0.0005 | 0.001 | 0.002 |
| Zn | 0.0001 | 0.0003 | 0.0005 |
| Cu | 0.0001 | 0.0003 | 0.0005 |
| Pb | 0.0001 | 0.0003 | 0.0005 |
| Si | 0.002 | 0.003 | 0.005 |
| Al | 0.0005 | 0.001 | 0.002 |
| Mn | 0.0001 | 0.0003 | 0.0005 |
| Ni | 0.0001 | 0.0003 | 0.0005 |
| B | 0.001 | 0.003 | 0.005 |
|  | 0.04 | 0.07 | 0.08 |
| Cl- | 0.002 | 0.003 | 0.005 |

5.2 磁性异物

产品中磁性异物含量符合表2规定

表2 磁性异物含量

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | Li2CO3-D1 | Li2CO3-D2 | Li2CO3-D3 |
| 磁性异物，不大于*μ*g/kg | 50 | 100 | 300 |

5.3 水分

产品中水分含量不大于0.20%。

5.4 烧失量

产品中烧失量不大于0.50%。

5.5 粒度

产品的粒度应符合：D10≥1 μm ，4 μm≤D50≤8 μm ，9 μm≤D90≤15 μm，D99≤30 μm。

5.6 外观质量

产品呈白色粉末状，无目视可见夹杂物。

6 试验方法

6.1 产品化学成分分析按GB/T 11064的规定进行。

6.2 产品磁性异物的分析按附录A的规定进行。

6.3 产品中水分的测定按GB/T 6284的规定进行。

6.4 产品中烧失量的测定按附录B的规定进行。

6.5 产品的粒度分析按GB/T 19077 的规定进行。

6.6 产品的外观质量采用目视检验法。

7 检验规则

7.1 检查和验收

7.1.1 产品应由供方或第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

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及订货单的规定不符时，应在收到产品之日起3个月内向供方提出，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

产品应成批提交验收，每批应由同一牌号、同一混合物料组成。每批产品的净重不超过10 t。对于大批量供货时，组批方式可由供需双协商确定。

7.3 检验项目及取样

电池级碳酸锂检验项目及取样数量应符合表4规定。

表4 检验项目及取样

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 检验项目 | 取样规定 | 要求的章节号 | 试验方法的章节号 |
| 化学成分 | 按7.4条 | 5.1 | 6.1 |
| 磁性异物 | 5.2 | 6.2 |
| 水分 | 5.3 | 6.3 |
| 烧失量 | 5.4 | 6.4 |
| 粒度 | 5.5 | 6.5 |
| 外观质量 | 5.6 | 6.6 |

7.4 取样

7.4.1 取样方法

产品取样采用非金属取样器，取样管沿袋中心插至袋2/3处，所取样品混匀后用四分法缩分至约1000g。

7.4.2 取样数量

按GB/T 6678中7.6条的规定。

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进行判定。

7.5.2 产品的化学成分、磁性异物、水分、烧失量、粒度检验结果不合格时，则从同一批产品中加倍取样，对不合格项目进行重复检验，如仍有一个检验结果不合格时，则判该批为不合格。

7.5.3 产品外观质量不合格时，则判该批为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 包装标志

产品应包装成袋，每袋应注明：

1. 供方名称、地址、电话；
2. 产品名称；
3. 批号；
4. 净重；
5. 主含量；
6. 本文件编号；
7. 产地；
8. GB/T 191中“怕雨”标志。

8.2 包装、运输、贮存

8.2.1 产品采用内衬聚乙烯（PE）袋，外套聚丙烯（PP）或两至三层纸袋包装。内袋扎口或热合，外袋缝口牢固。每袋净重根据客户要求执行。

8.2.2 产品运输时应避免与酸接触，搬运时应防止包装袋破损，并注意防潮。

8.2.3 产品应存放于干燥、无酸腐蚀环境中。

8.3 随行文件

每批产品应附有随行文件，其上注明：

1. 供方名称、地址、电话；
2. 产品名称和牌号；
3. 外观；
4. 批号；
5. 净重和件数；
6. 各项分析检验结果和技术监督部门印记；
7. 本文件编号；
8. 生产日期（或包装日期）；
9. 其他。

9 订货单内容

需方可根据自身的需要，在订购本文件所列产品的订货单内，列出如下内容：

1. 产品名称；
2. 牌号；
3. 外观；
4. 净重和件数；
5. 本文件编号；
6. 其他。

附 录 A

（规范性）

电池级碳酸锂中磁性异物含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

警示——使用本附录的人员应有正规实验室工作的实践经验。本附录并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采用适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法律法规的要求。

A.1 测定范围

本附录用于电池级碳酸锂中磁性异物含量的测定，测定范围为5.00μg/kg～1000.00μg/kg。

A.2 原理

通过磁棒吸附富集试样中磁性异物，用王水分解，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上采用标准工作曲线法测定磁性异物的含量

A.3 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和电阻率达18.25 MΩ·cm的超纯水。实验所用器皿均用硝酸（1+4）浸泡后，用超纯水彻底清洗。

A.3.1 硝酸，（ρ=1.42 g/mL）。

A.3.2 盐酸，（ρ=1.19 g/mL）。

A.3.3 硝酸（1+1）

A.3.4 王水：用1体积的硝酸（A.3.1）和3体积的盐酸（A.3.2）混合，用时现配.

A.3.5 铁标准贮存溶液：称取纯金属铁丝（≥99.9%）1.0000 g于200 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（A.3.3），于水浴上溶至清亮，冷却。移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1 mg铁。

A.3.6 锌标准贮存溶液：称取纯金属锌（≥99.9%）1.0000 g于200 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（A.3.3），于低温处溶至清亮，冷却。移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1 mg锌。

A.3.7 镍标准贮存溶液：称取纯金属镍（≥99.9%）1.0000 g于200 mL烧杯中，再加入20 mL硝酸（A.3.3），于低温处溶至清亮，冷却。移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1 mg镍。

A.3.8 铬标准贮存溶液：称取纯金属铬（纯度99.99%）1.0000 g于200mL烧杯中，再加入50mL盐酸（A.2.5），于低温处溶至清亮，冷却至室温。移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1mg铬。

A.3.9 混合标准溶液A：分别移取20.00 mL各标准贮存溶液（A.3.5～A.3.8）于200 mL容量瓶中，加入20 mL硝酸（A.3.3），以水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL含100 μg铁、锌、镍、铬。

A.3.10 混合标准溶液B：移取10.00mL混合标准贮存溶液A（A.3.9）于100 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（A.3.3），以水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含10μg铁、锌、镍、铬。

A.3.11 氩气（$w\_{Ar}$≥99.996%）。

A.4 仪器

A.4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

A.4.2 磁棒：6000Gs～8000Gs，Φ17 mm×53 mm，外包聚四氟乙烯。在吸附前，置于200 mL烧杯中，加入130 mL超纯水和8 mL王水（A.3.4），煮沸30 min后，用超纯水洗干净。

A.4.3 棒磨机，具有带调速，定时功能。

A.5 样品

取经干燥，不结块的电池级碳酸锂样品，置于干燥器中保存待测。

A.6 试验步骤

A.6.1 平行试验

平行做两份试验。

A.6.2 空白实验

 随同样品作空白实验。

A.6.3 试验溶液的准备

A.6.3.1 称取300 g样品（A.5），精确至0.1 g，将样品置于1000 mL塑料瓶中，加水700 mL，放入磁棒（A.4.2），盖上盖子，置于棒磨机上（A.4.3），开动棒磨机，以60 r/min（以瓶计）的转速吸附30 min。

A.6.3.2 停止转动后，取出磁棒，转移至250 mL高脚烧杯中，以超纯水漂洗3次（可用另一根磁棒在底部吸住），每次尽可能地将余水倒尽。

A.6.3.3 加入130 mL水、8 mL王水（A.3.4），使磁棒完全淹没于酸液中，置于电热板上加热至沸腾后，再保持沸腾状态30 min，控制余液体积为30 mL~40 mL。取下，冷却至室温，转移至100 mL容量瓶中，定容。

A.6.3.4 当样品中磁性异物含量大于200μg/kg时，分取20 mL待测试验溶液（A.6.3.3）于100 mL容量瓶中，补入6 mL王水（A.3.4），定容。

A.6.4 工作曲线溶液的准备

于6个100 mL容量瓶中，分别加入0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00mL混合标准溶液B（A.3.10），加入8 mL王水（A.3.4），以水定容。各元素标准溶液的质量浓度见表A.1。

表A.1 各元素标准溶液的质量浓度

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准系列 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 各元素浓度μg/mL | 0.020 | 0.050 | 0.100 | 0.200 | 0.500 |

A.6.5 测定

A.6.5.1 将标准工作曲线系列溶液（A.6.4）于电感耦合等离子体原发射光谱仪按表A.2给出地分析谱线，进行测定。以各元素标准溶液质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

表A.2 元素测定谱线

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Fe | Zn | Ni | Cr |
| 波长nm | 259.941 | 213.856 | 231.604 | 267.716 |

A.6.5.2 当工作曲线线性≥0.999时，进行空白试验溶液和试验溶液地测定，由计算机自动给出待测元素的质量浓度。

A.7 试验数据处理

A.7.1 元素的含量以各元素的质量分数$w\_{x}$计，数值以μg/kg 表示，按式（A.1）计算。

$w\_{x}=\frac{（ρ\_{1}-ρ\_{0}）V\_{2}V\_{0}×10^{3}}{m\_{0}V\_{1}}$……………………………………（A.1）

式中：

$w\_{x}$——磁性异物铁、锌、镍、铬的质量分数，单位为微克每千克（μg/kg）；

$ρ\_{1}$——从工作曲线上查得试验溶液中各元素得质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

$ρ\_{0}$——从工作曲线上查得空白溶液中各元素得质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*2——测定试验溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0——测定试验溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

*m*0——试料量，单位为克（g）；

*V*1——分取试验溶液的体积，单位为毫升（mL）。

所得结果保留至小数点后两位。

A.7.2 磁性异物为铁、锌、镍、铬4种元素的含量，以$Σw\_{x}$计，按式（A.2）计算。

$Σw\_{x}=w\_{Fe}+w\_{Zn}+w\_{Ni}+w\_{Cr}$…………………………（A.2）

$Σw\_{x}$——磁性异物含量，单位为微克每千克（*μ*g/kg）；

$w\_{Fe}$——铁的质量分数，单位为微克每千克（*μ*g/kg）；

$w\_{Zn}$——锌的质量分数，单位为微克每千克（*μ*g/kg）；

$w\_{Ni}$——镍的质量分数，单位为微克每千克（*μ*g/kg）；

$w\_{Cr}$——铬的质量分数，单位为微克每千克（*μ*g/kg）。

所得结果保留至小数点后两位。

A.8 精密度

A.8.1 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*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表A。3数据采用线性内插法或外延法求得。

表A.3 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 磁性异物含量$w\_{x}$/（μg/kg） | 12.46 | 57.88 | 167.87 | 431.21 | 988.58 |
| 重复性限*r*/（μg/kg） | 3.59 | 6.45 | 15.78 | 49.25 | 112.07 |

A.8.2 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，在以下给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差不超过再现性（*R*）,超过再现性（*R*）的情况不超过5%，再现性（*R*）按表A.4数据采用线性内插法或外延法求得。

表A.4 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 磁性异物含量$w\_{x}$/（*μ*g/kg） | 12.46 | 57.88 | 167.87 | 431.21 | 988.58 |
| 再现性限*r*/（*μ*g/kg） | 3.62 | 7.13 | 23.97 | 69.58 | 118.79 |

附 录 B

（规范性）

烧失量的测定

警示——使用本附录的人员应有正规实验室工作的实践经验。本附录并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采用适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法律法规的要求。

B.1 原理

称取一定量的试样，在500℃下干燥，求算热干燥减量，计算试样中的烧失量。

B.2 设备

B.2.1 瓷坩埚：30 mL。

B.2.2 马弗炉。

B.2.3 干燥器。

B.3 试验步骤

用在500℃下烘至恒重的瓷坩埚称取试样10 g~15 g，准确至0.0001 g。放入500 ℃±5℃的马弗炉中烘30 min，冷却至室温后称重。

重复操作至恒重。恒重：直到两次称重质量差不大于0.0003，视为恒重。

B.4 试验数据处理

按公式（B.1）计算试样的烧失量，数值以%表示。

$w\_{烧失量}=\frac{m\_{2}-m\_{3}}{m\_{2}-m\_{1}}×100$%…………………………………（B.1）

式中：

$m\_{1}$——瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

$m\_{2}$——烘干前瓷坩埚和试样质量，单位为克（g）；

$m\_{3}$——烘干后瓷坩埚和试样质量，单位为克（g）。

B.5 结果的允许差

两次平行测定结果之差不大于0.04%，取其算术平均值为测定的结果。