|  |  |
| --- | --- |
| ICS  | 77.120.01 |
| CCS  | H 13 |

|  |
| --- |
| YS |

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXXX—XXXX

粗氢氧化镍钴化学分析方法

第6部分：盐酸不溶物的测定

重量法

Methods for chemical analysis of crude nickel cobalt hydroxide— Part 6：Determination of insoluble substance in hydrochloric acid— Gravimetric method

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

（本草案完成时间：2022年3月9日）

XXXX - XX - XX发布

     - XX - XX实施

中 华 人 民 共 和 国 工 业 和 信 息 化 部  发布

1. 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。

本文件是YS/T XXXX《粗氢氧化镍钴化学分析方法》的第6部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；

——第2部分：铬、磷、锰含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：氟离子含量的测定 离子选择性电极法；

——第4部分：铜、铝、锂、锌、镉、铅、砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：水分含量的测定 烘箱干燥法；

——第6部分：盐酸不溶物含量的测定 重量法；

——第7部分：锰含量的测定 电位滴定法。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本标准起草单位：广东邦普循环科技有限公司、华南理工大学、荆门市格林美新材料有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、衢州华友钴新材料有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、金川集团股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、紫金铜业有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、深圳清华大学研究院、湖南邦普循环科技有限公司。

本标准主要起草人：阮丁山、王英男、戴凤英、杨雪茹、韦丽丽、段开仙、卢美玲、谢柏华、孟凡兵、吴涛、刘艳花、杨红玉、张顺娘、徐超秀、钟贵远、陈建军、郑宇、李爱霞、江妙丽、梁庆优、孙栋明、邓为利、聂云青、乔小芳、李强。

1. 引言

粗氢氧化镍钴是一种含镍钴元素的二元湿法冶炼中间品，是由锂离子电池废料经预处理、酸溶、除杂、碱沉等湿法富集工艺得到的具有较高利用价值、对环境无污染的产品，可作为生产镍钴锰三元素复合氢氧化物、镍钴锰酸锂、镍或钴的化工盐及其他相关材料的原料。粗氢氧化镍钴产品的化学成分直接影响到产品质量的好坏，建立一套针对粗氢氧化镍钴化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T XXXX《粗氢氧化镍钴化学分析方法》由7个部分构成。

——第1部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；

——第2部分：铬、磷、锰含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：氟离子含量的测定 离子选择性电极法；

——第4部分：铜、铝、锂、锌、镉、铅、砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：水分含量的测定 烘箱干燥法；

——第6部分：盐酸不溶物含量的测定 重量法；

——第7部分：锰含量的测定 电位滴定法。

盐酸不溶物是区分粗氢氧化镍钴产品与锂离子电池废料的特征指标之一，也是判定粗氢氧化镍钴中其他未知成分含量的重要指标。本文件的目的在于规范粗氢氧化镍钴中盐酸不溶物含量的测试方法及其精密度。重量法是不溶物含量最常见的测定方法，具有精确度高，操作简便等优点，已广泛应用于盐酸不溶物含量的测定。重量法测定盐酸不溶物含量与其它化学成分的检测方法不同，因此，盐酸不溶物含量的测定有必要单独编制为一个部分。本文件的制定为科学、准确的测定粗氢氧化镍钴的盐酸不溶物含量提供了依据，对于减少供需双方之间因检测误差造成的商业纠纷以及促进产品的贸易发展具有重要作用。

粗氢氧化镍钴化学分析方法

第6部分：盐酸不溶物的测定

重量法

* 1. 范围

本文件规定了粗氢氧化镍钴中盐酸不溶物含量的测定方法。

本文件适用于粗氢氧化镍钴中盐酸不溶物含量的测定。测定范围：0.10 %～2.00 %。

* 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 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

YS/T 1460—2021 粗氢氧化镍钴

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

试料用盐酸溶解，加热煮沸，使用玻璃砂芯坩埚抽滤，经水洗后置于105 ℃ ± 2 ℃的电热恒温干燥箱内，烘干至恒重，计算盐酸不溶物的含量。

* 1. 试剂和材料

除非另有说明，本文件所用试剂均为分析纯及以上纯度的试剂。

水，符合GB/T 6682规定的三级及以上纯度的水。

盐酸（1+1）。

硝酸银溶液（10 g/L）：称取1 g硝酸银溶解于100 mL水中，加入1 mL硝酸。如有浑浊则过滤使用，储存于棕色瓶中。

* 1. 仪器设备

电热恒温干燥箱，温度能控制在105 ℃ ± 2 ℃范围内。

玻璃砂芯坩埚（30 mL或40 mL）：滤板孔径5 μm～15 μm，将玻璃砂芯坩埚洗涤抽滤3次后放入105 ℃ ± 2 ℃的电热恒温干燥箱中烘干至恒重，置于干燥器中备用。

* 1. 样品

按YS/T 1460—2021的7.4要求取样与制样。

样品分析前应在105 ℃ ± 2 ℃烘箱中烘干2 h，并置于干燥器中冷却至室温立即称取。

* 1. 试验步骤
		1. 试料

称取5.0 g（*m*）样品（7），精确至0.000 1 g。

* + 1. 平行试验

平行做两份试验。

* + 1. 测定

将试料（8.1）置于250 mL烧杯中，用约20 mL水润湿试料，盖上表面皿。缓慢加入40 mL盐酸（5.2），待试料完全溶解后，低温加热煮沸5 min，取下，稍冷。

用已恒重（*m*1）的玻璃砂坩埚（6.2）抽滤，用热水洗涤烧杯至少3次，洗涤滤渣至滤出液用硝酸银溶液（5.3）检查无氯离子为止。将盛有盐酸不溶物的玻璃砂芯坩埚置于105 ℃ ± 2 ℃的电热恒温干燥箱（6.1）中干燥1 h，取出置于干燥器中冷却至室温，称量，并反复操作至恒重（*m*2）。

* 1. 试验数据处理

盐酸不溶物的含量以其质量分数*w*计，按公式（1）计算：

…………………………………（1）

式中：

*m*2——恒重后盐酸不溶物和玻璃砂芯坩埚的总质量，单位为克（g）；

*m*1——恒重后玻璃砂芯坩埚的质量，单位为克（g）；

*m* ——试料的质量，单位为克（g）；

计算结果表示到小数点后两位，按GB/T 8170的规定进行修约。

* 1. 精密度
		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，精密度实验原始数据参见附录A。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：

1. 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*/% | 0.12 | 0.33 | 0.79 | 1.42 |
| *r*/% | 0.04 | 0.06 | 0.09 | 0.12 |

* + 1. 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，精密度实验原始数据参见附录A。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：

1. 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*/% | 0.12 | 0.33 | 0.79 | 1.42 |
| *R*/% | 0.06 | 0.09 | 0.14 | 0.18 |

* 1. 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；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

1.
2. （资料性）
精密度试验原始数据

精密度数据是在2021年由16家实验室对4个不同水平的样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的样品在重复性条件下独立测定7～11次。测定的原始数据见表A.1。

* 1. 精密度试验原始数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平 | *w*/%（*n*=11） |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 1 | 0.106 | 0.134 | 0.120 | 0.122 | 0.104 | 0.128 | 0.134 | 0.122 | 0.132 | 0.132 | 0.128 |
| 2 | 0.362 | 0.336 | 0.326 | 0.317 | 0.320 | 0.330 | 0.334 | 0.334 | 0.316 | 0.324 | 0.310 |
| 3 | 0.751 | 0.784 | 0.774 | 0.779 | 0.714 | 0.780 | 0.809 | 0.813 | 0.815 | 0.794 | 0.779 |
| 4 | 1.371 | 1.368 | 1.418 | 1.393 | 1.366 | 1.442 | 1.443 | 1.467 | 1.435 | 1.439 | 1.406 |
| 2 | 1 | 0.111 | 0.124 | 0.136 | 0.119 | 0.101 | 0.128 | 0.131 | 0.127 | 0.138 | 0.118 | 0.108 |
| 2 | 0.375 | 0.364 | 0.355 | 0.327 | 0.335 | 0.329 | 0.338 | 0.331 | 0.325 | 0.344 | 0.324 |
| 3 | 0.831 | 0.794 | 0.824 | 0.796 | 0.819 | 0.795 | 0.822 | 0.813 | 0.824 | 0.799 | 0.781 |
| 4 | 1.399 | 1.436 | 1.425 | 1.413 | 1.406 | 1.440 | 1.433 | 1.417 | 1.431 | 1.424 | 1.448 |
| 3 | 1 | 0.118 | 0.120 | 0.125 | 0.137 | 0.126 | 0.139 | 0.119 | 0.122 | 0.126 | 0.123 | 0.129 |
| 2 | 0.341 | 0.342 | 0.339 | 0.328 | 0.341 | 0.332 | 0.311 | 0.322 | 0.328 | 0.332 | 0.338 |
| 3 | 0.798 | 0.796 | 0.800 | 0.807 | 0.798 | 0.788 | 0.789 | 0.793 | 0.791 | 0.781 | 0.795 |
| 4 | 1.435 | 1.432 | 1.422 | 1.433 | 1.432 | 1.426 | 1.422 | 1.410 | 1.418 | 1.429 | 1.410 |
| 4 | 1\* | 0.066 | 0.073 | 0.073 | 0.080 | 0.076 | 0.076 | 0.075 | 0.073 | 0.064 | 0.079 | 0.071 |
| 2 | 0.294 | 0.284 | 0.294 | 0.272 | 0.280 | 0.289 | 0.298 | 0.283 | 0.290 | 0.285 | 0.284 |
| 3 | 0.780 | 0.774 | 0.788 | 0.744 | 0.788 | 0.784 | 0.782 | 0.774 | 0.793 | 0.790 | 0.775 |
| 4 | 1.365 | 1.381 | 1.378 | 1.380 | 1.382 | 1.413 | 1.373 | 1.398 | 1.409 | 1.370 | 1.399 |
| 5 | 1 | 0.116 | 0.133 | 0.120 | 0.132 | 0.126 | 0.114 | 0.132 | 0.122 | 0.112 | 0.126 | 0.107 |
| 2 | 0.303 | 0.322 | 0.365 | 0.308 | 0.322 | 0.338 | 0.314 | 0.328 | 0.348 | 0.314 | 0.322 |
| 3 | 0.800 | 0.826 | 0.735 | 0.778 | 0.810 | 0.824 | 0.796 | 0.790 | 0.812 | 0.806 | 0.778 |
| 4 | 1.364 | 1.440 | 1.411 | 1.437 | 1.413 | 1.408 | 1.419 | 1.445 | 1.430 | 1.372 | 1.399 |
| 6 | 1 | 0.112 | 0.128 | 0.114 | 0.130 | 0.121 | 0.126 | 0.109 | 0.128 | 0.134 | 0.132 | 0.129 |
| 2 | 0.326 | 0.330 | 0.328 | 0.308 | 0.325 | 0.329 | 0.331 | 0.330 | 0.329 | 0.332 | 0.325 |
| 3 | 0.794 | 0.787 | 0.780 | 0.776 | 0.798 | 0.796 | 0.800 | 0.795 | 0.809 | 0.792 | 0.789 |
| 4 | 1.422 | 1.430 | 1.425 | 1.435 | 1.412 | 1.420 | 1.429 | 1.439 | 1.427 | 1.435 | 1.423 |
| 7 | 1 | 0.090 | 0.098 | 0.064 | 0.094 | 0.074 | 0.072 | 0.100 | 0.092 | 0.102 | 0.100 | 0.098 |

表A.1精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平 | *w*/%（*n*=11） |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 7 | 2 | 0.325 | 0.324 | 0.306 | 0.326 | 0.340 | 0.308 | 0.316 | 0.325 | 0.326 | 0.318 | 0.317 |
| 3 | 0.791 | 0.795 | 0.796 | 0.795 | 0.792 | 0.792 | 0.799 | 0.792 | 0.795 | 0.792 | 0.791 |
| 4 | 1.405 | 1.420 | 1.426 | 1.433 | 1.427 | 1.422 | 1.426 | 1.429 | 1.416 | 1.421 | 1.406 |
| 8 | 1 | 0.130 | 0.130 | 0.124 | 0.118 | 0.130 | 0.126 | 0.116 | 0.116 | 0.132 | 0.122 | 0.122 |
| 2 | 0.320 | 0.320 | 0.322 | 0.314 | 0.314 | 0.322 | 0.326 | 0.314 | 0.318 | 0.314 | 0.322 |
| 3 | 0.808 | 0.802 | 0.796 | 0.804 | 0.800 | 0.802 | 0.802 | 0.808 | 0.802 | 0.806 | 0.799 |
| 4 | 1.421 | 1.421 | 1.420 | 1.429 | 1.427 | 1.421 | 1.418 | 1.433 | 1.415 | 1.428 | 1.421 |
| 9 | 1 | 0.115 | 0.133 | 0.134 | 0.128 | 0.125 | 0.135 | 0.131 | 0.129 | 0.112 | 0.138 | 0.142 |
| 2 | 0.343 | 0.329 | 0.341 | 0.328 | 0.349 | 0.317 | 0.324 | 0.337 | 0.313 | 0.348 | 0.310 |
| 3 | 0.795 | 0.772 | 0.767 | 0.774 | 0.751 | 0.749 | 0.798 | 0.768 | 0.788 | 0.774 | 0.784 |
| 4 | 1.467 | 1.344 | 1.387 | 1.425 | 1.449 | 1.403 | 1.398 | 1.427 | 1.421 | 1.387 | 1.441 |
| 10 | 1 | 0.136 | 0.147 | 0.124 | 0.12 | 0.125 | 0.129 | 0.13 | 0.126 | 0.14 | 0.125 | 0.121 |
| 2 | 0.320 | 0.323 | 0.320 | 0.326 | 0.327 | 0.330 | 0.328 | 0.335 | 0.327 | 0.334 | 0.321 |
| 3 | 0.783 | 0.772 | 0.785 | 0.791 | 0.779 | 0.789 | 0.790 | 0.782 | 0.779 | 0.785 | 0.787 |
| 4 | 1.412 | 1.399 | 1.407 | 1.395 | 1.405 | 1.414 | 1.408 | 1.416 | 1.392 | 1.403 | 1.415 |
| 11 | 1 | 0.136 | 0.138 | 0.120 | 0.140 | 0.132 | 0.134 | 0.122 | 0.108 | 0.128 | — | — |
| 2 | 0.340 | 0.334 | 0.332 | 0.334 | 0.328 | 0.332 | 0.334 | 0.326 | 0.366 | — | — |
| 3 | 0.810 | 0.802 | 0.810 | 0.810 | 0.814 | 0.802 | 0.800 | 0.796 | 0.820 | — | — |
| 4 | 1.440 | 1.422 | 1.426 | 1.424 | 1.438 | 1.410 | 1.468 | 1.432 | 1.466 | — | — |
| 12 | 1 | 0.138 | 0.136 | 0.107 | 0.140 | 0.127 | 0.121 | 0.126 | 0.118 | — | — | — |
| 2 | 0.370 | 0.307 | 0.355 | 0.342 | 0.328 | 0.308 | 0.310 | 0.321 | — | — | — |
| 3 | 0.812 | 0.815 | 0.813 | 0.810 | 0.791 | 0.795 | 0.778 | 0.795 | — | — | — |
| 4 | 1.434 | 1.410 | 1.404 | 1.388 | 1.411 | 1.394 | 1.415 | 1.413 | — | — | — |
| 13 | 1 | 0.132 | 0.110 | 0.116 | 0.120 | 0.118 | 0.114 | 0.124 | 0.130 | 0.120 | 0.120 | 0.122 |
| 2 | 0.316 | 0.320 | 0.312 | 0.324 | 0.328 | 0.332 | 0.340 | 0.326 | 0.330 | 0.318 | 0.322 |
| 3 | 0.793 | 0.808 | 0.798 | 0.795 | 0.778 | 0.776 | 0.789 | 0.781 | 0.778 | 0.802 | 0.792 |
| 4 | 1.439 | 1.421 | 1.425 | 1.424 | 1.425 | 1.421 | 1.422 | 1.439 | 1.389 | 1.419 | 1.394 |
| 14 | 1 | 0.116 | 0.111 | 0.108 | 0.100 | 0.102 | 0.109 | 0.115 | 0.116 | 0.121 | 0.115 | 0.114 |
| 2 | 0.319 | 0.318 | 0.337 | 0.344 | 0.301 | 0.332 | 0.312 | 0.319 | 0.330 | 0.323 | 0.320 |

表A.1精密度试验原始数据（续）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平 | *w*/%（*n*=11） |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 14 | 3 | 0.791 | 0.794 | 0.798 | 0.816 | 0.803 | 0.812 | 0.788 | 0.792 | 0.799 | 0.822 | 0.801 |
| 4 | 1.443 | 1.426 | 1.427 | 1.426 | 1.398 | 1.424 | 1.433 | 1.425 | 1.406 | 1.428 | 1.433 |
| 15 | 1 | 0.134 | 0.13 | 0.116 | 0.122 | 0.13 | 0.12 | 0.132 | 0.12 | 0.134 | 0.128 | 0.114 |
| 2 | 0.348 | 0.352 | 0.360 | 0.334 | 0.354 | 0.346 | 0.310 | 0.318 | 0.320 | 0.360 | 0.362 |
| 3 | 0.797 | 0.803 | 0.765 | 0.771 | 0.762 | 0.734 | 0.774 | 0.812 | 0.756 | 0.776 | 0.720 |
| 4 | 1.440 | 1.445 | 1.404 | 1.380 | 1.395 | 1.387 | 1.415 | 1.434 | 1.376 | 1.415 | 1.426 |
| 16 | 1 | 0.121 | 0.114 | 0.124 | 0.121 | 0.127 | 0.125 | 0.119 | 0.123 | 0.129 | 0.133 | 0.139 |
| 2 | 0.328 | 0.336 | 0.327 | 0.348 | 0.329 | 0.328 | 0.331 | 0.334 | 0.328 | 0.329 | 0.334 |
| 3 | 0.798 | 0.779 | 0.793 | 0.810 | 0.794 | 0.789 | 0.798 | 0.796 | 0.793 | 0.821 | 0.781 |
| 4 | 1.420 | 1.437 | 1.440 | 1.428 | 1.415 | 1.422 | 1.436 | 1.446 | 1.425 | 1.437 | 1.451 |

