



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX—202X

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂

化学分析方法

磁性异物金属颗粒的测定

洁净度仪测试法

Methods for chemical analysis of Lithium carbonate, lithium hydroxide monohydrate and lithium chloride - Magnetic foreign body metal particles - Cleanliness meter test method

(预审稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 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。

本文件为 GB/T XXXX《碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂 化学分析方法磁性异物金属颗粒的测定 洁净度仪测试法》。

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。

本文件主要起草单位：

本文件主要起草人：

引 言

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂广泛应用于 3C 产品、电动汽车电动自行车、电动工具、基站储能电源等行业，也是核工业、特种玻璃等产品的基础原料。

GB/T XXXX 旨在通过规定适用范围，规范试剂、材料及仪器设备并列出具体的试验步骤等建立碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂的磁性异物金属颗粒的分析方法。本文件采用洁净度仪法测定碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂的磁性异物金属颗粒数含量。

洁净度仪分析方法测定碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂磁性异物金属颗粒含量操作简便，体现行业发展的最新水平，分析方法满足各种原料生产的碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂产品。

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂

化学分析方法

磁性异物金属颗粒的测定 洁净度仪测试法

1 范围

本文件规定了碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中磁性异物金属颗粒含量的测定方法。

本文件适用于碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中磁性异物金属颗粒含量的测定。测定范围：10～500 颗/千克。

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，仅该注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

GB/T 41484 道路车辆 零部件和系统的清洁度

GB 50773 洁净厂房设计规范

3 术语与定义

GB/T 41484 道路车辆 零部件和系统的清洁度中规定的术语与定义均适用于本文件

3.1 洁净房间 cleanroom

空气中悬浮颗粒浓度受控的房间，该房间的构造和使用方法要尽可能地减少颗粒的导入、产生和滞留。

3.2 颗粒计数 particle count

按颗粒尺寸或其他特征计数的颗粒数量。

3.3 颗粒的尺寸 particle size

清洁度规范中规定的颗粒的几何特征。

注：如果没有说明，取最长尺寸。

3.4 颗粒标块 particle standard

带有已知形状和尺寸的标准颗粒可用于对光学分析系统检测和校正的物体。

4 原理

在不含磁性杂质的洁净环境中，将试料分散于去离子水中，通过套有热缩套管的磁棒吸附富集试样中的可磁化磁性异物金属颗粒，将磁棒从热缩套管中分离后，将套管上的可磁化磁性异物金属颗粒通过滤膜进行收集，于洁净度仪上采用非近似算法扫描并分析滤膜上的颗粒，采用十字排列偏振镜法，

通过分析平行和十字排列状态下扫描获得的两张图像后自动识别金属、非金属和纤维，通过此方法来测定可磁化磁性异物金属颗粒含量。

5 试验条件

试验应在洁净房间中进行。洁净度达到GB 50773中5级及以上要求。

6 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯及以上的试剂。

- 6.1 水 GB/T 6682，一级。
- 6.2 陶瓷剪刀、陶瓷小刀。
- 6.3 塑料搅拌桶，容积 10 L，（直径*高度）246*325mm。
- 6.4 热缩管，直径 25mm，壁厚 0.31mm，宽 41mm。
- 6.5 封口膜，PE 断点式保鲜膜 20cm*10cm。
- 6.6 滤膜，孔径 0.45 μ m（或 5 μ m）、直径 47mm。
- 6.7 载物片，70mm*70mm。
- 6.8 热缩套管：壁厚：0.3mm， Φ 25mm。
- 6.9 磁棒： Φ 24mm*240mm，磁间距 20mm， \geq 6000GS 和 \geq 12000GS。
- 6.10 盐酸（1+1）。

7 仪器设备

- 7.1 对辊机。
- 7.2 循环水式真空泵。
- 7.3 微孔滤膜过滤器（2000ml）。
- 7.4 烘箱。
- 7.5 数控超声波清洗器。
- 7.6 天平：百分之一天平（0.01g）。
- 7.7 真空包装机。
- 7.8 洁净度测试仪。

8 样品

取经干燥，不结块的样品，置于干燥器中，冷却至室温。

9 试验步骤

9.1 试料

称取 1.0Kg 试样，精确至 0.01g。

9.2 空白试验

随同试料做空白试验

9.3 测定

9.3.1 测试准备：取出一张橡胶垫铺于工作台上，将磁棒（ $\geq 12000\text{GS}$ ）置于橡胶垫上滚动吸附磁性物质。

9.3.2 塑封磁棒：取一根磁棒（ $\geq 6000\text{GS}$ ），取一支塑料管，在真空包装机上封口，装水确认封口不漏水后套在磁棒上，再对另一端进行封口。封好的磁棒放在干净的橡胶垫上。

9.3.3 加样：取一个洁净塑料桶，向桶内加入 $6.0 \pm 0.2\text{L}$ 纯水，并用新取磁棒（ $\geq 12000\text{GS}$ ）搅拌 5min。称取 $1.00 \pm 0.05\text{Kg}$ 样品，缓慢加入桶中，再将密封好的磁棒轻放入桶内，最后密封塑料桶。

9.3.4 搅拌：将密封好的塑料桶放入对辊机中，转速 $60 \pm 5\text{ r/min}$ ，时间 15min。

9.3.5 提取磁性杂质：重取一个洁净塑料桶，加 $6.0 \pm 0.2\text{L}$ 纯水，并用新取磁棒（ $\geq 12000\text{GS}$ ）搅拌 5min，待用。取出已搅拌的磁棒，使用纯水冲洗干净塑料管上多余的样品，重新将磁棒轻放入桶中，密封，将密封好的塑料桶放入对辊机中，转速 $60 \pm 5\text{ r/min}$ ，时间 15min。

9.3.6 冲洗：取出已完成提取磁性杂质的磁棒，将其放入干净的 500ml 烧杯内；剪开塑料管的一端，开口处两端剪开，弯下塑料管，拔出磁棒，取下塑料管，用高纯水将塑料管的磁性杂质全部冲洗到烧杯中，并用陶瓷刀轻轻刮蹭表面残留物，再用高纯水冲洗塑料管和陶瓷刀；在烧杯底外部用小磁块将磁性物质吸附、聚集，倾倒入水溶液，反复清洗 5 次，保留磁性提取物于烧杯中。

9.3.7 酸洗：向装有磁性物质的烧杯中倒入已配制好的盐酸（6.10） $15 \pm 2\text{mL}$ ，再用封口膜封住烧杯口，并在边缘缠上胶带。放入超声清洗器中超声 2.0min（功率 200w/频率 53KHz）。

9.3.8 重复清洗：超声完成后，取出烧杯，往烧杯加入 50mL 纯水，并在烧杯底外部用小磁块将磁性物质吸附、聚集，再将盐酸溶液倒入废液桶内，向烧杯中注入 $50 \pm 10\text{mL}$ 纯水清洗磁性杂质，重复清洗 5 次。最后在烧杯中加入 $10 \pm 2\text{mL}$ 纯水，待抽滤。

9.3.9 抽滤：将烧杯内的水和磁性提取物倒入滤杯中，并用洗瓶冲洗烧杯壁，保证提取的磁性颗粒全部分散在滤膜上。

9.3.10 烘干：小心取下抽滤后的滤膜，其表面附有磁性颗粒。将该滤膜放于洁净的培养皿中，再将培养皿放入 $(40-80)^\circ\text{C}$ 烘箱内，干燥 $10 \pm 2\text{min}$ 。

9.3.11 开启清洁度测试仪：打开控制器开关，检查设置是否正确，启动分析软件并导入分析参数。

9.3.12 标准块的测量：准备一块至少刻有 116 个标准颗粒且经过校验的标准块，标准颗粒应按费雷特径（Feret Max）要求的长度至少分为 7 个等级，例如：3000 微米、620 微米、420 微米、220 微米、170 微米、120 微米、70 微米；将标准块放到显微镜下，用柔软无尘布擦除表面灰尘。检查比例尺：

调节显微镜倍率至 2.5 倍（约 2.3 微米/像素），不同型号显微镜可调节至约 2.3 微米/像素对应的放大倍率；设置焦距：调节对焦旋钮在被测滤膜上进行对焦，对焦时将 FOC 数值调至最大，亮度应控制在 55% 且偏差 \pm 5%以内。

扫描分析完成后若 7 个标准颗粒等级分析结果数值为 20/20/20/20/12/12/12 则系统正常，保存该分析数据并开始滤膜样本分析；若数值出现异常，应立即联系设备维修人员。

9.3.13 滤膜的测量：将滤膜放入托架或专用载物片，导入滤膜分析参数并在数据集中手动填写滤膜样本的数据，填写完毕后点击继续；**检查比例尺：**调节显微镜倍率至 2.5 倍（约 2.3 微米/像素），不同型号显微镜可调节至约 2.3 微米/像素对应的放大倍率；**设置焦距：**调节对焦旋钮在被测滤膜上进行对焦，对焦时将 FOC 数值调至最大，亮度应控制在 55% 且偏差 \pm 5%以内；完成后点击继续。扫描分析完成后核对结果，有堆叠颗粒可在软件里手动切分；未被完整识别的大颗粒可在软件里手动关联；无关颗粒可在软件里手动删除。完成后点击保存分析数据以及完整的滤膜图像，以便日后审核时调取完整的滤膜图像用软件重新进行分析及备查。

10 试验数据处理

粒度范围 (μm)	颗粒数量
5-25	不计数
25-100	颗粒数乘以 0.5
>100	颗粒数乘以 1.0

磁性金属颗粒总数=0.5*（25 μm 至 100 μm 颗粒数）+100 μm 以上颗粒数

11 精密度

11.1 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，在表 1 给出的平均值范围内，这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 ）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。精密度试验原始数据参见附录 A。

表 1 重复性限

11.2 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，在表 2 给出的平均值范围内，这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。

表 2 再现性限

12 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容，至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
 - 使用的标准（包括发布或出版年号）；
 - 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。
-