

ICS 13.030.01  
Z 04

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5545—2019

---

### 锂离子电池材料废弃物中镍含量的测定

Determination of nickel content in waste lithium ion battery materials

2019-11-11 发布

2020-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国废弃化学品处置标准化技术委员会（SAC/TC294）归口。

本标准起草单位：广东邦普循环科技有限公司、格林美股份有限公司、深圳准诺检测有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、江西核工业兴中新材料有限公司、湖南邦普循环科技有限公司、清远佳致新材料研究院有限公司、浙江水知音检测有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：余海军、黄冬波、黄剑彬、谢柏华、龙长江、谢英豪、吴理觉、俞明华、郭永欣、闫雅婧、欧彦楠、马琳、雷延桂、明帮来、付海阔、李长东、杨裴、范国强。



## 锂离子电池材料废弃物中镍含量的测定

**警示**——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。本试验方法中的锂离子电池材料废弃物可能含有挥发性有害气体，制样过程需在通风橱内进行。本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

### 1 范围

本标准规定了锂离子电池材料废弃物中镍含量测定方法的术语和定义、一般规定、试样制备以及丁二酮肟重量法和电感耦合等离子体发射光谱法两种检测方法。

本标准适用于锂离子电池材料废弃物中镍含量的测定，丁二酮肟重量法测定范围大于 5.00%，电感耦合等离子体发射光谱法测定范围不大于 5.00%。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第 1 部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 29090 电池废料的取样方法

GB/T 33059 锂离子电池材料废弃物回收利用的处理方法

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分：杂质标准溶液的制备

### 3 术语和定义

GB/T 33059 中界定的术语和定义适用于本文件。

### 4 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.2 的规定制备。

### 5 试样制备

#### 5.1 取样

按照 GB/T 29090 的规定进行取样，记为样品 A。

## 5.2 仪器设备

### 5.2.1 粉碎机。

### 5.2.2 电压表。

### 5.2.3 试验筛网： $\Phi 200 \times 50$ —0.15/0.1 GB/T 6003.1—2012。

### 5.2.4 高温炉：温度能控制在 500 °C~600 °C。

## 5.3 制样

### 5.3.1 废弃电池样品的制备

#### 5.3.1.1 预处理

5.3.1.1.1 当样品 A 为废弃电池时需进行放电处理。用电压表检测废弃电池的电压，若电压高于 1.0 V，将电池与电阻串联放电，直至电压低于 1.0 V。记为样品 B。

5.3.1.1.2 将样品 B 拆除电池外壳，取出电芯，将电芯进行拆解，分离正极片、负极片和隔膜，保留正极片。当样品 B 为软包电池且破碎后不易分离时，用刀划破电池外层的铝塑膜。

#### 5.3.1.2 灼烧、粉碎

将预处理后的样品置于 500 °C~600 °C 的高温炉中灼烧 60 min。取出，冷却至室温，于粉碎机中粉碎，过筛至粒度不大于 0.150 mm，混匀。

### 5.3.2 电池材料废弃物样品的制备

将样品置于 500 °C~600 °C 的高温炉中灼烧 60 min。取出，冷却至室温，于粉碎机中粉碎，过筛至粒度不大于 0.150 mm，混匀。

注：若无法满足取制样要求或有特殊要求时，可按供需双方协商的方法进行取制样。

## 6 测定方法

### 6.1 丁二酮肟重量法

#### 6.1.1 原理

试样用盐酸溶解，采用酒石酸、乙酸铵、硫代硫酸钠消除铝、铁、锰和铜的干扰，次氯酸钠消除钴的干扰，在氨性介质中以丁二酮肟乙醇溶液沉淀镍，两次沉淀后在 145 °C~150 °C 下干燥至质量恒定，计算镍含量。

#### 6.1.2 试剂或材料

6.1.2.1 次氯酸钠溶液：5%有效氯。

6.1.2.2 盐酸溶液：1+1。

6.1.2.3 氨水溶液：1+1。

6.1.2.4 酒石酸溶液：150 g/L。

称取 150 g 酒石酸，溶于水中并稀释至 1 000 mL。

6.1.2.5 乙酸铵溶液：500 g/L。

称取 250 g 乙酸铵，溶于水中并稀释至 500 mL。

6.1.2.6 丁二酮肟乙醇溶液：10 g/L。

称取 10 g 丁二酮肟，溶于无水乙醇中，用无水乙醇稀释至 1 000 mL，贮存于棕色试剂瓶中。

6.1.2.7 硫代硫酸钠溶液：200 g/L。

称取 100 g 硫代硫酸钠，溶于水并稀释至 500 mL，贮存于棕色试剂瓶中。

6.1.3 仪器设备

6.1.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm，30 mL、100 mL。

6.1.3.2 电热恒温干燥箱：温度控制在 145 ℃~150 ℃。

6.1.3.3 电热恒温水浴：温度控制在 65 ℃~75 ℃。

6.1.4 试验步骤

6.1.4.1 试验溶液 A 的制备

按表 1 称取一定量的试样，精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中，用水润湿后按表 1 加入盐酸溶液，盖上表面皿，加热至微沸，30 min 后取下，冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，干过滤。得到试验溶液 A。

表 1 称样量、盐酸溶液体积和分取体积

镍质量分数/%	称样量/g	盐酸溶液体积/mL	分取体积/mL
5~≤20	2.00	50	50.00
>20	1.00	25	25.00

6.1.4.2 试验

按表 1 移取一定体积的试验溶液 A 于 500 mL 烧杯中，依次加入 10 mL 酒石酸溶液、20 mL 乙酸铵溶液，用氨水溶液调节溶液 pH 至 9~10，加入 30 mL 次氯酸钠溶液，加热至约 80 ℃使次氯酸钠溶液分解，加入 20 mL 硫代硫酸钠溶液，加水至约 300 mL，置于 65 ℃~75 ℃的电热恒温水浴中，边搅拌边缓慢加入 50 mL 丁二酮肟乙醇溶液，保温陈化 30 min。

用玻璃砂坩埚（100 mL）抽滤，用水洗涤沉淀 5 次。用盐酸溶液返溶沉淀，溶液移入原烧杯中。依次加入 10 mL 酒石酸溶液、20 mL 乙酸铵溶液，用氨水溶液调节溶液 pH 至 6~7，加水至约 300 mL，置于 65 ℃~75 ℃的电热恒温水浴中，边搅拌边缓慢加入 50 mL 丁二酮肟乙醇溶液，保温陈化 30 min。

用已于 145 ℃~150 ℃干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚（30 mL）抽滤，用水洗涤沉淀 5 次，将玻璃砂坩埚连同沉淀一起置于 145 ℃~150 ℃的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

同时做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

6.1.5 试验数据处理

镍含量以镍（Ni）的质量分数  $w$  计，按公式（1）计算：

(37)

$$w = \frac{[(m_3 - m_2) - (m_0 - m_4)] \times 0.2031}{m_1 (V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_3$ ——玻璃砂坩埚和丁二酮肟镍沉淀的总质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m_0$ ——空白试验用玻璃砂坩埚和随同试样空白的总质量的数值，单位为克（g）；

$m_4$ ——空白试验用玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m_1$ ——称取试料的质量的数值，单位为克（g）；

$V_2$ ——移取试验溶液 A 的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_1$ ——试验溶液 A 的体积的数值，单位为毫升（mL）；

0.2031——丁二酮肟镍与镍的换算因数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。当镍含量小于 20.0% 时两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%，当镍含量不小于 20.0% 时两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

## 6.2 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）

### 6.2.1 原理

试样用盐酸溶解，于盐酸介质中用电感耦合等离子体发射光谱仪测定镍的激发强度，采用标准曲线法测定镍的含量。

### 6.2.2 试剂或材料

6.2.2.1 盐酸溶液：1+1（优级纯）。

6.2.2.2 镍标准溶液：1 mL 溶液含镍（Ni）1 mg。

6.2.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 中二级水的规定。

### 6.2.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 6.2.4 试验步骤

#### 6.2.4.1 试验溶液 B 的制备

称取 1.00 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中，用水润湿后加入 25 mL 盐酸溶液，盖上表面皿，低温加热至微沸，30 min 后取下，冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀，若有不溶性物质采用干过滤，除去初滤液。得到试验溶液 B。

同时做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

#### 6.2.4.2 标准曲线绘制

分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 镍标准溶液于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸溶液，以水稀释至刻度，摇匀。用电感耦合等离子体发射光谱仪，选择最佳仪器工作条件（推荐的仪器工作条件参见附录 A），以镍的质量浓度为横坐标、对应的激发强度为纵坐标绘制标准曲线。

#### 6.2.4.3 试验

于电感耦合等离子体发射光谱仪上，分别测定空白试验试液、试验溶液 B 中镍的激发强度，根

据激发强度从标准曲线上查得镍的质量浓度。若测定结果超出标准曲线线性范围，可移取适量试验溶液 B，稀释后测定。

6.2.5 试验数据处理

镍的含量以镍 (Ni) 的质量分数  $w$  计，按公式 (2) 计算：

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0)kV_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $\rho_1$ ——从标准曲线查出的试验溶液 B 中镍的质量浓度的数值，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；
- $\rho_0$ ——从标准曲线查出的空白试验溶液中镍的质量浓度的数值，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；
- $k$ ——试验溶液 B 的稀释倍数；
- $V_1$ ——试验溶液 B 的定容体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- $m$ ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。当镍含量小于 1.0% 时两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%，当镍含量不小于 1.0% 时两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 5%。



## 附 录 A

(资料性附录)

## 电感耦合等离子体发射光谱仪推荐仪器工作条件

表 A.1 给出了电感耦合等离子体发射光谱仪推荐的仪器工作条件。

表 A.1 推荐的仪器工作条件

项 目	参 数
功率	1 300 W
雾化气流量	0.8 L/min
辅助气流量	0.2 L/min
等离子体气流量	1.50 L/min
进样流量	1.50 L/min
观测模式	水平 (轴向)
镍元素分析线	216.556 nm