



团 体 标 准

T/CAQI XXXX—XXXX

废旧锂离子电池负极石墨修复再生 技术规范

Technical specification for regeneration of graphite anode from spent lithium-ion
batteries

（征求意见稿）

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

中国质量检验协会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 3

2 规范性引用文件 3

3 术语和定义 3

4 技术要求 3

5 测试方法 4

附录 A（规范性） 粒度分布的测定方法 6

附录 B（规范性） 水分含量的测定方法 8

附录 C（规范性） pH 值的测定方法 10

附录 D（规范性） 真密度的测定方法 11

附录 E（规范性） 层间距 d002 的测定方法 13

附录 F（规范性） 石墨取向性测定方法 14

附录 G（规范性） 首次库伦效率及首次放电比容量的测定方法 16

附录 H（规范性） 微量元素元素的测定方法 18

附录 I（规范性） 阴离子的测定方法 20

附录 J（规范性） 硫含量的测定方法 22

附录 K（规范性） 磁性物质的测定方法 24

附录 L（规范性） 粉末压实密度的测定方法 26

附录 M（规范性） 振实密度测定方法 27

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。

本文件由中国质量检验协会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

废旧锂离子电池负极石墨修复再生技术规范

1 范围

本文件规定了报废锂离子电池负极石墨修复再生技术的术语和定义、分类及代号、相关技术指标要求、产品要求、环境要求、安全要求、修复再生流程及测试方法等要求。

本文件适用于报废锂离子电池负极石墨材料的修复再生利用。

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。

GBZ 1 工业企业设计卫生标准
 GB/T 1427 炭素材料取样方法
 GB 18597 危险废物贮存污染控制标准
 GB/T 19001 质量管理体系 要求
 GB/T 23331 能源管理体系 要求及使用指南
 GB/T 24001 环境管理体系 要求及使用指南
 GB/T 24533—2019 锂离子电池石墨类负极材料
 GB 40165—2021 固定式电子设备用锂离子电池和电池组安全技术规范
 GB/T 45001 职业健康安全管理体系 要求及使用指南

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

锂离子电池负极石墨材料 graphite material for negative electrode of lithium batteries

采用结晶型层状结构的石墨类炭材料，与正极材料在一定体系下协同作用实现锂离子电池多次充电和放电。在充电过程中，锂离子电池负极石墨材料接受锂离子的嵌入，而放电过程中，实现锂离子的脱出。

[来源：GB/T 24533—2019]

3.2

废旧锂离子电池 waste lithium ion battery

失去使用价值被废弃的电池成品和半成品，包括在电池生产、运输、贮存、使用过程中产生的不合格产品、报废产品、过期产品。

[来源：GB 40165—2021, 3.1]

3.3

修复再生前 before regeneration

锂离子电池制造过程中所产生的报废负极浆料、极片、电芯，以及对未进行充放电的电芯分离出的负极片进行破碎、风选、粉碎、提纯、分选、筛分、混合、成品包装回收处理的过程。

3.4

修复再生后 after regeneration

对废旧锂离子电池进行分类、拆解，将分离出的负极片破碎、风选、粉碎、提纯、改性、分选、筛分、混合、成品包装回收处理的过程。

4 技术要求

4.1 产品要求

4.1.1 产品分类

修复石墨负极按照首次放电比容量要求分为修复石墨负极-I、修复石墨负极-II。其中，I和II代表类别，具体性能要求详见表1。

4.1.2 产品代号

产品代号由类别和首次可逆比容量等依次排列组成，示例详见表1。

表1 产品代号示例及其表示的含义

示例	表示的含义
修复石墨型负极-I-340	首次可逆比容量>340 mAh g ⁻¹ 的I类修复石墨负极材料
修复石墨型负极-II-350	首次可逆比容量>350 mAh g ⁻¹ 的II类修复石墨负极材料

4.1.3 外观

产品外观应为颜色均一的黑色粉末，无结块。

4.2 环境要求

- 4.2.1 企业应按照 GB/T 19001、GB/T 24001、GB/T 45001 和 GB/T 23331 的要求，建立健全质量、环境、职业卫生健康和能源管理体系。
- 4.2.2 企业的危险废物贮存管理要求应符合 GB 18597 的规定。
- 4.2.3 企业的卫生设计及职业病危害评价应符合 GBZ 1-2010 的规定。

4.3 安全要求

- 4.3.1 工作人员应具备修复专业知识。
- 4.3.2 工作人员应穿戴经认证合格的防护用品（绝缘手套、口罩、面具、防护服等），定期对防护用品 清洁、保养和更换。
- 4.3.3 场地应满足修复所需的电力供应要求，并配备消防设施。
- 4.3.4 场地内严禁明火。

4.4 修复再生流程

- 4.4.1 采用破碎机将浸出分离的石墨渣或从废旧锂离子电池中直接剥离的退役电池负极石墨废料进行破碎，此步骤得到的石墨粉为修复再生前石墨，再由气流磨或砂 磨机破碎成中位粒径在 300 目~500 目的粉末。
- 4.4.2 采用氢氧化钠或氢氧化钾中的一种或两种与破碎的石墨粉末混合进行碱浸，碱的量占石墨粉末 质量的 20%~60%，在 100℃~160℃ 的温度下进行碱浸反应 1 h~2 h。（目前没有碱浸）。
- 4.4.3 对碱浸后的石墨进行多次水洗烘干并破碎至 300 目~500 目。
- 4.4.4 采用硫酸或盐酸中的一种或两种与碱洗烘干后的石墨混合进行酸浸，酸的浓度为 1.8 mol/L~3 mol/L，液固比约为 3: 1。
- 4.4.5 在 50℃~100℃ 的温度下对混合石墨进行酸浸反应 4 h~6 h。
- 4.4.6 对酸浸后的石墨进行多次水洗烘干并破碎至 300 目~500 目。
- 4.4.7 对上述所得石墨在惰性气氛下进行 1500℃~1800℃ 的高温煅烧处理，最终修复再生后得到可循环利用的锂离子电池负极石墨材料。

5 测试方法

5.1 采样方法

- 5.1.1 取样和制样按 GB/T 1427 的规定进行。

5.1.2 样品盛入塑料样品罐后，应在外壁贴上标签，标签包括下列内容：

- a) 样品类别及编号；
- b) 总体物料批号及数量；
- c) 样品量；
- d) 采样日期；
- e) 采样者姓名。

5.1.3 样品应密封保存，并贮存在防破包、防雨、防潮等环境中。备用样品贮存期为 18 个月。

5.2 检验项目

5.2.1 检验项目为：粒度、碳含量、水分、振实密度、粉末压实密度、比表面积、微量元素（铁、钠、铬、铜、镍、铝和钼）、磁性物质（铁+铬+镍+锌+钴）、首次放电比容量和首次库仑效率。

5.3 采样验收规则

符合全部技术指标为合格品。若有 1 项达不到要求，应从同批取样袋中加倍取样对不合格项复检，复检全部合格判为合格，有一项不合格判为不合格。

5.4 具体测试方法

本文件规定的各项指标的测试方法按附录执行，具体包括：

- a) 物理特性测试方法：
 - 1) 粒度分布的测定方法（附录 A）；
 - 2) 水分含量的测定方法（附录 B）；
 - 3) pH 值的测定方法（附录 C）；
 - 4) 真密度的测定方法（附录 D）；
 - 5) 层间距 d₀₀₂ 的测定方法（附录 E）；
 - 6) 石墨取向性测定方法（附录 F）；
 - 7) 粉末压实密度的测定方法（附录 L）；
 - 8) 振实密度测定方法（附录 M）。
- b) 电化学性能测试方法：首次库仑效率及首次放电比容量的测定方法（附录 G）。
- c) 成分分析测试方法：
 - 1) 微量金属元素（铁、钠、铬、铜、镍、铝、钼、钴、锌）的测定方法（附录 H）；
 - 2) 阴离子（F⁻, Cl⁻, NO₃⁻, Br⁻, SO₄²⁻）的测定方法（附录 I）；
 - 3) 硫含量的测定方法（附录 J）；
 - 4) 磁性物质（铁、钴、铬、镍、锌）的测定方法（附录 K）。

附 录 A
(规范性)
粒度分布的测定方法

A.1 原理

激光粒度仪是根据颗粒能使激光产生散射这一物理现象测试粒度分布的。由于激光具有很好的单色性和极强的方向性，当一束平行光遇到颗粒阻挡时，一部分光将发生散射现象，散射光的传播方向将与主光束的传播方向形成一个夹角 θ 。散射角 θ 的大小与颗粒的大小有关，颗粒越大，产生的散射光的 θ 角就越小；颗粒越小，产生的散射光的 θ 角就越大。同时，散射光的强度代表该粒径颗粒的数量。如图A.1，这样，在不同的角度上测量散射光的强度，就可以得到样品的粒度分布。

注：本附录适用于激光粒度仪测量试样的粒度分布。

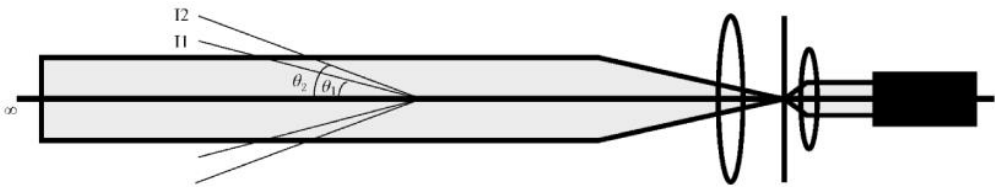


图 A.1 不同粒径的颗粒产生不同角度的散射角

在光束中的适当的位置上放置一个富氏透镜，在该富氏透镜的后焦平面上放置一组多元光电探测器，这样不同角度的散射光通过富氏透镜就会照射到多元光电探测器上，将该包含粒度分布信息的光信号转换成电信号并传输到电脑中，通过专用软件用Mie散射理论对这些信号进行处理，就会准确地得到所测试样品的粒度分布，激光粒度仪的原理如图A.2所示。

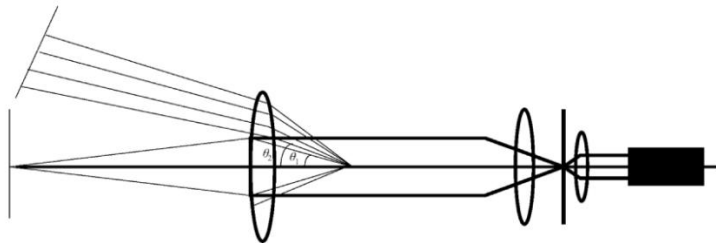


图 A.2 激光粒度仪原理示意图

A.2 试剂及材料

A.2.1 分散剂

分散剂应符合下列要求：

- a) 在激光波长范围内应是透明的（如 He-Ne 激光的波长为 633 nm）；
- b) 与使用的仪器材料（O 型圈、试管等）能配套使用，仪器材料应在分散剂中不老化的；
- c) 不应溶解或影响颗粒材料的粒度；
- d) 与空气或其他粒子是不相溶的；
- e) 颗粒材料易于分散在分散剂中，液体保持稳定悬浮状态；
- f) 不影响操作者身体健康，符合安全要求。

A.2.2 纯水

电导 $\leq 0.05 \mu S/cm$ 。

注：水是常用的分散液体，加入低泡沫的表面活性剂，以降低水的表面张力（用于浸润粒子）。

A.3 仪器与设备

A.3.1 玻璃棒：直径5 mm，长度150 mm。

A.3.2 烧杯：50 mL。

A.3.3 激光衍射粒度分析仪（测试范围:0.10 μm-1000 μm）：

对于粒度分布变异系数等于或小于约50%（或者颗粒最大直径与最小直径之比为10：1）的试样和对于那些来自同一批原料的5个不同试样在仪器的适当范围进行了至少3次测量的情况，特征颗粒的粒度重现性应如下：对于任意粒度分布的中位径值（D50），它的变异系数应小于2%，位于粒度分布两边的值，例如：D10和D90，应有一个不超过3%的变异系数；对于10 μm以下的颗粒，其最大变异系数应加倍。

A.3.4 按仪器说明书设置最佳参数，表A.1为供参考参数。

表 A.1 激光衍射粒度分析仪设定参数

泵转速	超声频率	超声时间
2400 r/min-2500 r/min	19.5 Hz	70 s

A.3.5 A仪器工作环境：仪器应该放在一个干净的环境中，环境避免电干扰和机械振动，恒定温度变动，避免直接光照。操作区域通风良好，仪器应置于刚性光学平台上，以避免光学系统频繁的对光调整。

A.4 试样的制备

在烧杯（见A.4.2）中放入分散剂和被测试样，再加入一定量的纯水，用玻璃棒充分搅拌，使样品分散均匀。

A.5 分析步骤

A.5.1 开启激光衍射粒度分析仪，预热30 min。

A.5.2 按仪器说明书的规定，开启仪器进行测试

A.6 结果计算与数据处理

读取D10、D50、D90、Dmax值，结果取四次测试平均值。

A.7 试验报告

应包含以下内容：

- a) 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- b) 测试结果以粒度分布数据表、分布曲线、D10、D50、D90 等方式记录；
- c) 在测定中观察到的异常现象；
- d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

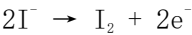
附录 B
(规范性)
水分含量的测定方法

B.1 原理

试样中的水与碘、二氧化硫在有机碱和甲醇存在下，发生下列反应：



其中的碘是通过电化学方法氧化电解槽而产生的。



产生的碘的量与通过电解池的电量成正比，因此记录电解所消耗的电量，根据法拉第定律，就可求出试样水分含量（10.72 mC≈1 μg H₂O）。以百分数表示的含水量：

$$\text{水}[\%] = \{(\text{消耗量}[\text{mC}] \div 10.72[\text{mC}/\mu\text{g}] - (\text{漂移}[\mu\text{g}/\text{min}] \times \text{持续时间}[\text{min}]) - \text{空白值}[\mu\text{g}]) \times 100[\%]\} / \text{质量}[\text{g}] \times 10^6[\text{mg}/\text{g}]$$

为了得到以ppm表示的含水量可乘以10000，为了得到以克每千克（g/kg）为单位的含水量可乘以10。

B.2 试剂及材料

B.2.1 干燥剂：3A分子筛。

B.2.2 电解液：无隔膜电解液（商品：保质期，5年；贮存条件，防潮密封）。

B.3 仪器与设备

B.3.1 仪器与设备应符合下列要求：

- a) 卡尔·费休库仑滴定仪：测量范围 0.0001%~1%；
- b) 天平：感量 0.0001 g；
- c) 微量注射器：5 μL；1 mL；
- d) 漂流瓶：20 mL；
- e) 空白瓶：20 mL。

B.3.2 仪器工作环境：卡尔·费休库仑滴定仪应避免正对着空调系统，室内空调系统应配备水分冷凝器。

B.3.3 卡尔·费休库仑滴定仪设定参数见表B.1。

表 B.1 卡尔·费休库仑滴定仪设定参数

干燥温度	干燥时间	气流流速
200 ℃	5 min	100 mL/min-150 mL/min

B.4 分析步骤

B.4.1 测定装置

按图B.1连接测定装置。

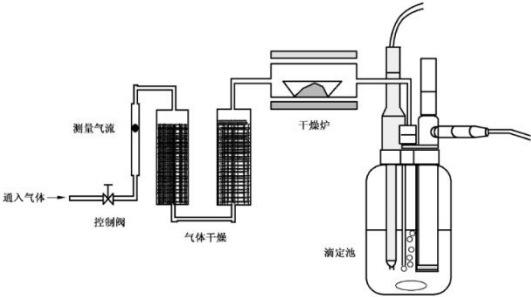


图 B.1 卡尔·费休库仑滴定仪装置

B.4.2 试验步骤

B.4.2.1 按仪器说明书的规定，装入电解液，开启仪器使之处于准备进样状态。

应定期用微量注射器注入一定量纯水对仪器进行标定，仪器显示数值与理论值的相对误差不大于±5%。

B.4.2.2 称取适量样品，精确至 0.0001 g，置于样品瓶中，迅速用铝箔将瓶口密封，并盖上塑料盖，同时做好标示。轻轻敲击瓶壁，使样品均匀平铺于底部。

B.4.2.3 依次将漂移瓶、空白瓶、样品瓶放在干燥炉样品转换器转盘上（放漂移瓶、空白瓶用于检测空气流动及样品瓶所带来的水分含量）。

B.4.2.4 启动滴定程序，调出设置方法，仪器进行预滴定，完毕后转入测试状态，输入样品的重量测试开始。滴定完毕，记录仪器显示测得的水分量。

B.5 结果计算与数据处理：记录分析结果并按 GB/T8170 的规定修约至 0.001%。

B.6 试验报告应包含以下内容：

- a) 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- b) 分析结果及表示方法；
- c) 在测定中观察到的异常现象；
- d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附录 C

(规范性)

pH 值的测定方法

C.1 原理

将试样与蒸馏水相混合后用 pH 计测定试样的 pH 值。

注：本附录适用于 pH 计测试石墨类负极材料的 pH 值。

C.2 试剂及材料

C.2.1 纯水 (GB/T 6682), 三级：使用前应将其放入耐化学腐蚀的玻璃容器中煮沸 5 min-10 min, 并加盖冷却至室温, 放置时间不超过 30 min。

C.2.2 在分析中, 除非另作说明, 均使用分析纯或优级纯试剂。有证袋装 pH 标准物质, 可参照说明书使用, 也可按 GB/T9724 的规定进行配制。

C.3 仪器与设备

仪器与设备应符合下列要求：

- a) 分析天平: 感量 0.0001 g;
- b) pH 计: 测量范围, 0-14, 精度 0.02;
- c) 玻璃烧杯: 100 mL;
- d) 超声波清洗仪: 超声功率 240 W;
- e) 量筒: 容量 50 mL;
- f) 试验环境无酸碱等化学气体污染。测定时, 试样温度应与缓冲溶液一致。

C.4 试样的制备

C.4.1 称取 5.00 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 100 mL 玻璃烧杯中, 加入 45 mL 新煮沸并冷却的蒸馏水。先加少量, 用玻璃棒搅拌使试样充分润湿, 然后将剩余的水全部加入。

C.4.2 将装有试样混合液的烧杯置于超声清洗仪内超声处理 5 min, 超声处理的同时用玻璃棒搅拌, 然后取出放置至上层澄清。

C.5 样品测试

C.5.1 按 GB/T9724 的规定, 用两点法进行校正、定位, 两标准缓冲溶液互相校正的 pH 误差值为 0.1 pH 单位, 否则应重新配制标准缓冲溶液或校正 pH 计。在每次测试后, 需用蒸馏水将样品洗净, 并用滤纸吸干水迹。

C.5.2 用 pH 计测定试样混合液上清液的 pH 值, 并记录数据。平行测定两次。

C.6 结果计算与数据处理

C.6.1 试样的 pH 值以平行测定两次的平均值表示。

C.6.2 测定结果按 GB/T8170 的规定修约到小数点后两位数字。

C.7 试验报告：

试验报告应符合以下内容：

- a) 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- b) 分析结果及表示方法；
- c) 在测定中观察到的异常现象；
- d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附录 D (规范性) 真密度的测定方法

D.1 原理

真密度是指粉体质量(W)除以不包括颗粒内外空隙的体积(真体积V)求得的密度。将试料置于真密度测试仪中,用氦气作介质,在测量室逐渐加压到一个规定值,然后氦气膨胀进入膨胀室内,两个过程的平衡压力由仪器自动记录,根据质量守恒定律,通过标准球校准测量室和膨胀室的体积后,再确定试料的真体积,计算出真密度。

注:本附录适用于真密度测试仪测试试样的真密度。

D.2 试剂及材料

氦气,纯度不小于99.9%。

D.3 仪器与设备

D.3.1 真密度测试仪。

D.3.2 标准球,体积分别约为7.069 9 cm³、70.699 cm³。

D.3.3 系列样品池,体积分别约为10 cm³、50 cm³、135 cm³。

D.3.4 电子天平:感量0.0001 g。

D.4 分析步骤

D.4.1 开启真密度测试仪,通入氦气,预热30 min,并检查气路的气密性。

D.4.2 每次测试前用标准球对仪器进行校正。

D.4.3 在合适的样品池中装入不少于样品池体积的2/3的试样,准确称取样品的质量,精确到0.0001 g,装样时振动样品池使试样填装紧密,不易飞起,打开装样品池的筒外盖,把样品池缓慢放入筒中,盖上筒外盖并拧紧。

D.4.4 按照真密度测定仪的说明书,进行测定,一般重复测定三次,按GB/T8170修约,取三次测定的算术平均值。

D.5 结果计算与数据处理

D.5.1 试样的真密度按照式(D.1)进行计算:

$$\rho = m/V_0 \quad (\text{D.1})$$

式中:

ρ ——真密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

m ——试样的质量,单位为克(g);

V_0 ——试样的真体积,单位为立方厘米(cm³)。

D.5.2 大多数真密度仪是校准后直接给出真密度的结果,当使用不能直接给出真密度的仪器时,试样的体积 V_0 可由测定的数据按式(D.2)计算,再将 V_0 代入式(D.1)计算真密度。

$$V_0 = V_1 - V_2 P_2 / (P_1 - P_2) \quad (\text{D.2})$$

式中:

V_1 ——测量室的体积,单位为立方厘米(cm³);

V_2 ——膨胀室的体积,单位为立方厘米(cm³);

P_1 ——测定室的压力,单位为千帕(kPa);

P_2 ——膨胀室的压力,单位为千帕(kPa)。

D.5.3 测试结果按GB/T8170的规定修约到小数点后三位数字。

D.6 试验报告应包含以下内容：

- a) 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- b) 分析结果及表示方法；
- c) 在测定中观察到的异常现象；
- d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附录 E
(规范性)
层间距 d002 的测定方法

E.1 原理

X射线衍射仪自动记录碳的002、004、110、112衍射线图形，同时读取衍射角（2 θ cor）_c，并由内标法求得经过校正后的衍射角（2 θ cor）_c，由式（E.1）来计算试样的层面间距d002。

注：本附录适用于X射线衍射仪测试试样的晶面层间距d002。

根据布拉格方程式（E.1）计算：

$$2d\sin(2\theta_{cor})=\lambda$$
 (E.1)

E.2 试剂及材料

单晶硅粉：纯度≥99.99%。
用玛瑙研钵将它粉碎，并且全部通过45 μm（325目）标准筛的硅粉作为X射线用的内标准物质。

E.3 仪器与设备

E.3.1 自动记录式X射线衍射仪，采用铜靶Kα X射线。

E.3.2 电子天平：感量0.0001 g；

E.3.3 玛瑙研钵。

E.4 试样的制备

E.4.1 称取1.5 g硅粉和3.5 g的试样（准确到0.0001 g）放入研钵中研磨。

E.4.2 将研磨混合均匀的样品加入到样品架的凹槽内，用玻片压紧、压平。

E.5 分析步骤

E.5.1 将样品架放置在X射线衍射仪的测试平台上。

E.5.2 设定扫描的起始角为10°、结束角为90°、步长≤0.02°，扫描方式为连续扫描。

E.5.3 用作为石墨的各衍射线内标的硅的衍射线指数及衍射角按表E.1的规定。

表 E.1 碳和硅内标的衍射线指数及衍射角

石墨（JCPDS卡 00-041-1478）		硅内标角	
hkl	2 θ cor	hkl	2 θ cor
002	26.5附近	111	α _i =28.442, α _s =28.47
004	54.5附近	311	α _i =56.122, α _s =56.174
110	77.6附近	311	α _i =76.376, α _s =76.452
112	83.6附近	422	α _i =88.030, α _s =88.124

E.6 结果计算与数据处理

读取2 θ cor显示值，按照表E.1计算层间距d002数据值。

石墨化度的测定按照式（E.2）进行计算：

$$\text{石 墨 化 度} = \left(\frac{3.44-d002}{3.44-3.354} \right) \times 100\%$$
 (E.2)

E.7 试验报告应包含以下内容：

- a) 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- b) 分析结果及表示方法；
- c) 在测定中观察到的异常现象；

d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附 录 F (规范性) 石墨取向性测定方法

F.1 原理

F.1.1 试样加入粘结剂、增稠剂后搅拌分散均匀，在铝箔上摊开，烘干。烘干后将样品刮下，用玛瑙研钵磨细，过74 μm (200目) 标准筛网。用压实密度仪，将磨细的样品粉末压制成规定尺寸的压片，压片经过一定时间的反弹后，测出压实密度，并用X射线衍射仪测试取向性。

注：本附录适用于X射线衍射仪测试试样的取向性。

F.1.2 X射线衍射仪自动记录石墨样品的002、004、110、112衍射线图形，读出002、004、110晶面衍射峰的高度，计算石墨取向性 I_{002}/I_{110} 、 I_{004}/I_{110} 。

F.2 试剂及材料

F.2.1 粘结剂：丁苯橡胶（SBR）粉末，优级品，型号为SN-307R，用纯水配制成50%的浆料。

F.2.2 增稠剂：羧甲基纤维素钠（CMC），分析纯，型号为BVH8，用纯水配制成1.2%的溶液。

F.2.3 纯水：符合GB/T6682标准中三级水或以上的要求。

F.2.4 铝箔：纯度99.9%以上。

F.3 仪器与设备

仪器与设备应符合下列要求：

- 自动记录式X射线衍射仪，采用铜靶 $K\alpha$ X射线；
- 电子天平：感量0.0001 g；
- 玛瑙研钵；
- 高速分散机，或其他搅拌分散设备；
- 恒温干燥箱，工作温度95 $^{\circ}\text{C}$ 以上；
- 压实密度仪，最大压力25 kN以上；
- 标准筛网，74 μm (200目)；
- 测厚仪；
- 干燥器。

F.4 试样的制备

F.4.1 称取19.3 g试样、25.0 g增稠剂（见F.3.2）、0.8 g粘结剂（见F.3.1）于干净的塑料容器中，准确至0.0001 g。

F.4.2 使用高速分散机或其他搅拌分散设备，将上述混合样品充分分散均匀，然后均匀摊开，放入恒温干燥箱中，95 $^{\circ}\text{C}$ 烘干6 h以上。

F.4.3 将已烘干的样品刮入玛瑙研磨中，充分磨细，过74 μm (200目) 标准筛网。

F.4.4 称取4份已磨细并过筛的样品 $0.50\text{ g} \pm 0.001\text{ g}$ ，准确至0.0001 g，分别置于压实密度仪的模具中，分别在2.5 kN、5.0 kN、14.5 kN、24.5 kN压力下制备成压片，保压时间30 s。

F.4.5 将制备好的4个压片分别用干净的样品袋装好，置于干燥器中，避免压片承压，静置16 h。然后，取出压片，用测厚仪测试压片厚度，并计算各个压片的压实密度，做好记录。测试完压实密度后的压片，应在8 h内测试取向性，否则应重新制备压片。

分析步骤

- F.4.6 将静置完成并已测试和记录压实密度的压片，置于X射线衍射仪专用样品支架上，并使压片的上表面与样品支架的上表面保持在同一平面。将样品支架固定在X射线衍射仪的样品台上，对准样品支架的位置，使压片处于样品台的中心。
- F.4.7 设定扫描的起始角为10°、结束角为90°、步长≤0.02°，石墨002晶面衍射峰（26.5°左右）峰高≥10 000。
- F.4.8 试样的各晶面衍射线指数及衍射角按表F.1的规定。

表 F.1 石墨的衍射线指数及衍射角

石墨（JCPDS卡00-041-1478）	
hkl	2 θ
002	26.5附近
004	54.5附近
110	77.6附近
112	83.6附近

F.5 结果计算与数据处理

使用合适的分析软件，对测试出的衍射谱图进行扣背景、寻峰处理，读取002、004、110晶面谱峰的强度（峰高），计算取向性I002/I110、I004/I110。

F.6 试验报告应包含以下内容：

- a) 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- b) 分析结果及表示方法；
- c) 在测定中观察到的异常现象；
- d) 任何不包含在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附录 G

(规范性)

首次库伦效率及首次放电比容量的测定方法

G.1 方法与提要

G.1.1 首次库伦效率：以金属锂为电极，在 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下，按照电池充放电测试仪器操作规程进行测试，测试出的半电池放电比容量（脱锂）除以充电比容量（嵌锂）得到库伦效率。

注：本附录适用于电池测试仪测试试样的首次放电比容量及首次充电比容量。

G.1.2 首次放电比容量（脱锂）：以金属锂为电极，在 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下，按照电池充放电测试仪器操作规程测试出的半电池放电比容量（脱锂）。

G.2 试剂及材料

试剂及材料应符合下列要求：

- 导电剂：乙炔黑（按 GB/T3782）或相同性能导电炭黑；
- 粘接剂：丁苯橡胶（SBR）粉末，优级品，型号为 SN-307R 或同等性能粘结剂；
- 石墨集流体：铜箔（按 GB/T5187）或相同性能集流体；
- 锂集流体：镍网（按 GB/T3120）或相同性能集流体；
- 金属锂片或锂带（按 GB/T4369）。

G.3 仪器与设备

仪器与设备应符合下列要求：

- 电池测试仪：（电流精度： $0.1\%\text{RD} \pm 0.1\%\text{FS}$ ；电压精度： $0.1\%\text{RD} \pm 0.1\%\text{FS}$ ）或相同类型测试仪；
- 模拟电池：封闭体系、聚四氟乙烯材质或同等类型的电池模具（如扣式电池等）；
- 手套箱： $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温，一个标准大气压，99.999%的惰性气体， $\text{H}_2\text{O}<1\text{ ppm}$ 、 $\text{O}_2<1\text{ ppm}$ 或相同类型手套箱；
- 真空干燥箱（精度：真空度 $<100\text{ Pa}$ ，温度范围 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或相同类型干燥箱；
- 鼓风干燥箱： $(10\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $250\text{ }^{\circ}\text{C})$ 或相同类型干燥箱；
- 干燥器皿：相对湿度 $<25\%$ 或相同类型干燥器皿；
- 天平：感量 0.00001 g 或相同类型天平；
- 船桨式搅拌器： $3\text{ }000\text{ r/min}$ 或相同类型搅拌器；
- 涂膜涂布器（规格 $200\text{ }\mu\text{m}$ ）： $3\text{ }000\text{ r/min}$ 或相同类型涂布器。

G.4 试样的制备

G.4.1 试样在干燥房间内制备，温度： $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；露点： $<-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

G.4.2 按（7.1）取样方法中取样规则采取试样和导电剂，将试样和导电剂放入真空烘箱中，烤4 h后，转到在干燥器皿内冷却。然后，对试样、粘结剂、导电剂按质量比为92：5：3的比例称取9.5 g试样和导电剂的混合物粉末（准确到 0.00001 g ）。

G.4.3 将试样和导电剂的混合物粉末加入40 mL小烧杯中，然后加入已配好的浓度为5%粘结剂的N-甲基-2-吡咯烷酮溶液（ $\text{H}_2\text{O}\leq 10\text{ ppm}$ ），采用船桨式搅拌器调制成膏状物（搅拌时间30 min，搅拌速度 1500 r/min ）。

G.4.4 将膏状物均匀涂抹于铜箔上，用 $200\text{ }\mu\text{m}$ 涂膜涂布器将膏状物刮在铜箔上，直至表面光滑，然后放入鼓风干燥箱中在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘烤8 h。

G.4.5 烘烤的极片经裁片、压片成各种形状的电极（长方形带状、条状或圆形等），准确称重后，放入真空干燥箱中，真空条件下，在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘烤8 h。制得工作碳电极。

G.4.6 在氩气气氛下的手套箱中，将金属锂裁剪制成条状或者带状，然后将上述裁剪好的金属锂压制到已裁剪成条状的镍网（或其他同等性能的集流体）末端，制成对电极（或者直接以金属为对电极）。

G.4.7 以上述步骤制成的炭电极和对电极，与1 mol/L LiPF₆的EC/EMC（EC与EMC体积比为1：1）溶液做电解液（或其他同等性能的电解液），在手套箱中组装成密封完好的4对（或以上数量）符合电极体系的半电池。

G.5 分析步骤

将半电池在电池程控测试仪（电流精度：0.1%RD+0.1%FS；电压精度：0.1%RD+0.1%FS或其他同等性能的测试设备）上测试电化学性能（0.001 V-2.0 V的电压范围、0.1 C的充放电倍率）。计算多只半电池数据平均值。

结果计算与数据处理

试样的首次放电比容量和首次库仑效率，按式（G.1）、（G.2）、（G.3）计算：

$$Q1(\text{cha}) = C1(\text{cha})/m \quad (\text{G.1})$$

$$Q1(\text{dis}) = C1(\text{dis})/m \quad (\text{G.2})$$

$$E1 = Q1(\text{dis})/Q1(\text{cha}) \times 100\% \quad (\text{G.3})$$

式中：

Q1(cha)——首次充电比容量，单位为毫安小时每克（mA·h/g）；

C1(cha)——首次充电容量，单位为毫安小时（mA·h）；

m——活性物质质量，单位为毫克（mg）；

Q1(dis)——首次放电比容量，单位为毫安小时每克（mA·h/g）；

C1(dis)——一次放电容量，单位为毫安小时（mA·h）；

E1——首次库仑效率，用百分数（%）表示。

G.6 试验报告应包含以下内容：

- 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- 分析结果及表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附录 H (规范性) 微量元素元素的测定方法

H.1 原理

H.1.1 样品加入王水(浓 HNO_3 :浓 HCl , 体积比1:3)后,用微波消解仪溶解,经过滤、定容后,在酸性介质中,在选定的最佳条件下,于电感耦合等离子体发射光谱仪上分别测定发射光强度。

注:本附录适用于电感耦合等离子体发射光谱仪测试试样中的铁、钠、铬、铜、镍、铝、钼、钴、锌等微量元素含量。

H.2 试剂及材料

H.2.1 本附录中所用水应符合GB/T6682中一级水的要求。

H.2.2 硝酸:GR级。

H.2.3 盐酸:GR级。

H.2.4 氩气:纯度99.999%。

H.2.5 准备以下标准溶液。

——铁标准溶液,标准号为GSB04-1726—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;

——钴标准溶液,标准号为GSB04-1722—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;

——铬标准溶液,标准号为GSB04-1723—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;

——镍标准溶液,标准号为GSB04-1740—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;

——锌标准溶液,标准号为GSB04-1761—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;

——铜标准溶液,标准号为GSB04-1725—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;

——铝标准溶液,标准号为GSB04-1713—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;

——钼标准溶液,标准号为GSB04-1737—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;

——钠标准溶液,标准号为GSB04-1738—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

H.2.6 贮备混合标准溶液(50 mg/L)的配制:分别移取5 mL铁、钠、铬、铜、镍、铝、钼、钴、锌标准溶液于100 mL容量瓶中,加入5 mL硝酸,定容至刻度线,摇匀,备用。保存期限为1个月。

H.3 仪器与设备

H.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪或等同性能的仪器。

H.3.2 微波消解仪或等同性能的消解装置:工作温度不小于180 $^{\circ}\text{C}$ 。

H.3.3 样品罐:与微波消解仪配套。

H.3.4 分析天平:感量为0.0001 g。

H.4 系列混合标准溶液配制

H.4.1 分别准确吸取贮备混合标准溶液(见H.3.5)0.00 mL、0.2 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5 mL置于6个100 mL容量瓶中,各加入5 mL硝酸,定容至刻度线,摇匀,配制成铁、钠、铬、铜、镍、铝、钼、钴、锌元素浓度分别为0.00 mg/L 、0.10 mg/L 、0.25 mg/L 、0.50 mg/L 、1.00 mg/L 、2.50 mg/L 的校准空白及系列混合标准溶液。

H.5 试样的制备

H.5.1 称取0.4 g—0.5 g试样,于清洗干净的消解罐中;加入3 mL硝酸,9 mL盐酸,摇匀,拧紧样品盖,置于微波消解仪内消解(消解温度不低于180 $^{\circ}\text{C}$,时间不低于15 min)。消解完后,冷却至室温,过滤,定容至100 mL。同样方法制作一个试样空白。

H.6 测定

在选定的最佳工作条件下，待仪器稳定后，设置测定波长（可参考表H.1），输入样品信息，将校准空白、系列标准溶液依次吸入，绘制标准曲线，然后再将试验空白及样品溶液以同样的方法直接测定。

表 H.1 元素波长选择

元素	波长/nm	元素	波长/nm
铁	238.204	铜	327.393
钴	228.616	铝	396.153
镍	231.604	钼	202.03
铬	267.716	钠	589.592
锌	213.857		

- H.7 结果计算与数据处理：读取仪器自动显示数据，按照 GB/T8170 的规定进行修约至小数点后两位。
- H.8 试验报告应包含以下内容：
- 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
 - 分析结果及表示方法；
 - 在测定中观察到的异常现象；
 - 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附录 I
(规范性)
阴离子的测定方法

1.1 原理

分析无机阴离子通常用阴离子交换柱，其填料通常为季铵盐交换基团，样品阴离子以静电相互作用进入固定相的交换位置，又被带负电荷的淋洗离子交换下来进入流动相。不同阴离子与交换基团的作用力不同，在固定相中的保留时间也就不同，从而彼此达到分离。示意图见图I. 1：

注：本附录适用于离子色谱仪测试试样中 F^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 、 Br^- 等阴离子。

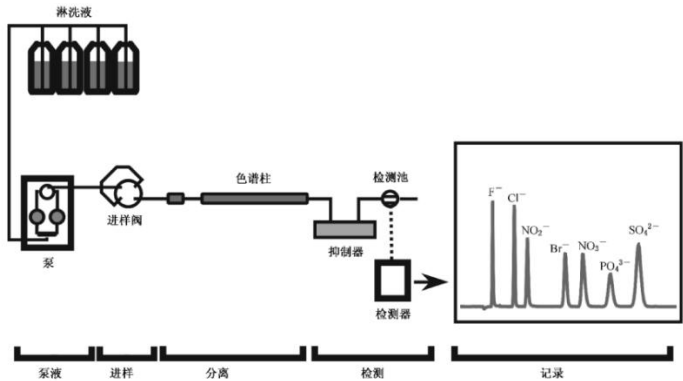


图 I. 1 离子色谱的基本流程

1.2 试剂及材料

1.2.1 试剂及材料除非另有说明外，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

- 纯水：电导率小于 $0.1\ \mu S/cm$ ，
- 淋洗液储备液，
- 淋洗液：碳酸氢钠 [$c(NaHCO_3)=1.4\ mmol/L$]—碳酸钠 [$c(Na_2CO_3)=4.5\ mmol/L$] 溶液：用量筒（见 I. 4. 5）量取 200 mL 淋洗液储备液（见 I. 3. 2），并稀释至 2 L，
- 阴离子贮备标准溶液：直接购买色谱纯级 F^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 、 Br^- 的标准溶液，浓度均为 1000 mg/L。

1.2.2 下列配制的标准溶液保存在冰箱中，保存期3个月。

- a) F^- 标准溶液（20 mg/L）：吸取 2.00 mL F^- 贮备溶液，放入 100 mL 容量瓶中，用纯水（I. 1. 2）稀释至刻度，摇匀；
- b) Cl^- 标准溶液（30 mg/L）：参照 I. 2. 1. 1 的配制方法；
- c) $3Br^-$ 标准溶液（20 mg/L）：参照 I. 2. 1. 1 的配制方法；
- d) NO_3^- 标准溶液（20 mg/L）：参照 I. 2. 1. 1 的配制方法；
- e) SO_4^{2-} 标准溶液（100 mg/L）：参照 I. 2. 1. 1 的配制方法。

1.2.3 混合阴离子系列标准溶液：分别准确吸取上述阴离子标准溶液 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL，1.50 mL、2.50 mL、4.00 mL，于 6 个 100 mL 容量瓶中，用纯水（见 I. 1. 2）稀释至刻度，摇匀。

1.3 仪器与设备

仪器与设备应符合下列要求：

- 离子色谱仪：包括进样系统，分离柱及保护柱，抑制器，电导检测器（分辨率：0.10 nS）；
- 滤器及滤膜：0.22 μm ；
- 分析天平：感量为 0.0001 g；
- 超声装置：用于样品溶解，玻璃器皿的清洗；

- 量筒：200 mL；
- 微量注射器：1 mL；
- 试样中 F⁻、Cl⁻、NO₃⁻、Br⁻、SO₄²⁻的测定工作参数见表 I. 1。

表 I. 1 阴离子的测定工作参数

淋洗液浓度	4.5 mmol/L Na ₂ CO ₃ /1.4 mmol/L NaHCO ₃
淋洗液流速	1.2 mL/min
柱温	(30±1)℃
检测池温度	(35±1)℃
抑制器电流	50 mA
色谱柱	阴离子交换柱，4X250 mm

I. 4 试样的制备

称取试样1 g，精确至0.0001 g，倒入50 mL烧杯中，加入40 mL纯水，经超声波处理3 min，过滤，用纯水定容到100 mL容量瓶。

I. 5 分析步骤

- I. 5.1 打开离子色谱仪，按仪器操作说明书打开仪器各单元电源。
- I. 5.2 按照表I. 1设置色谱操作条件。
- I. 5.3 待基线稳定后，用微量注射器取大于进样器体积的阴离子混合标准溶液（注射器应事先用纯水洗3次，再用样品溶液洗3次，并注意不要吸入气泡），点击数据采集，分析即开始。

I. 6 结果计算与数据处理

- I. 6.1 设置好定量分析程序。
- I. 6.2 离子色谱仪用5种阴离子的标准溶液的分析结果建立或修改定量分析表（ID），即在ID表中输入各阴离子的保留时间和浓度等数值，并计算出校正因子，以保留时间定性，峰面积定量。
- I. 6.3 读取离子色谱仪仪器自动显示数据及计算结果。

I. 7 试验报告应包含以下内容：

- 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- 分析结果及表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附录 J
(规范性)
硫含量的测定方法

J.1 原理

样品加入硝酸后，用微波消解仪溶解，经过滤、定容后，使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定硫元素的含量。

注：本附录适用于电感耦合等离子体发射光谱仪测试试样中硫含量。

J.2 试剂及材料

- J.2.1 纯水：一级水。
- J.2.2 硝酸：GR级。
- J.2.3 硫元素标准溶液：标准号为GSB04-1773—2004(b)，浓度为1000 μg/mL。
- J.2.4 贮备标准溶液（50 mg/L）：吸取5 mL硫元素标准溶液于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸，定容至刻度线，摇匀，备用。保存期限为1个月。
- J.2.5 氩气：纯度不低于99.999%。

J.3 仪器与设备

- J.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪：满足测试波长在紫外区的元素测定要求。
- J.3.2 微波消解仪：工作温度不低于200 ℃。
- J.3.3 分析天平：感量为0.0001 g。

J.4 试样的制备

- J.4.1 称取1 g左右的试样于消解罐中，加入12 mL硝酸，使用微波消解仪进行消解试样，消解温度为200 ℃，时间不低于15 min。消解完毕后，冷却至室温，过滤，定容至100 mL，待测。
- J.4.2 每次试验应进行空白试验，除不加试样外，其他的步骤与样品溶液制备相同。

J.5 系列标准溶液配制

分别准确吸取硫元素贮备标准溶液（见J.2.4）0.00 mL、0.2 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5 mL置于6个100 mL容量瓶中，各加入5 mL硝酸，定容至刻度线，摇匀，配制成硫元素浓度为0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.50 mg/L的校准空白及系列标准溶液。

J.6 测定

在选定的最佳工作条件下，待仪器稳定后，设置测定波长（可参考表J.1），输入样品信息，将校准空白、系列标准溶液依次吸入，绘制标准曲线，然后再将试验空白及样品溶液以同样的方法直接测定。
测试之前，应对仪器光学系统进行吹扫（可用高纯氮气或高纯氩气作为吹扫气）或抽真空处理，以保证硫元素测试的灵敏度满足测试要求。

表 J.1 参考波长

元素	波长/nm
硫	181.975或180.676

J.7 结果计算与数据处理

读取仪器自动显示数据，按照GB/T8170的规定进行记录。

J.8 试验报告应包含以下内容：

- 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- 分析结果及表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附 录 K (规范性) 磁性物质的测定方法

K.1 原理

将样品分散在乙醇介质中,利用具有一定磁场强度的磁棒对样品滚动吸附一定时间,对所吸附上的带磁性的颗粒在酸溶液中加热使之溶出,使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定铁、钴、铬、镍、锌含量,并计算含有五种元素物质含量的总和。

注:本附录适用于电感耦合等离子体发射光谱仪测试试样中铁、钴、铬、镍、锌的含量。

K.2 试剂及材料

K.2.1 本附录中所用水应符合GB/T6682中二级或三级水的要求,所用试剂的纯度均在分析纯以上:

- 硝酸:分析纯;
- 盐酸:分析纯;
- 无水乙醇:分析纯;
- 氩气:纯度 $\geq 99.996\%$ 。

K.2.2 准备以下标准溶液:

- 铁标准溶液,标准号为GSB04-1726—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;
- 钴标准溶液,标准号为GSB04-1722—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;
- 铬标准溶液,标准号为GSB04-1723—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;
- 镍标准溶液,标准号为GSB04-1740—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;
- 锌标准溶液,标准号为GSB04-1761—2004,浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$;
- 贮备混合标准溶液(50 mg/L):分别移取5 mL铁、钴、铬、镍、锌标准溶液于100 mL容量瓶中,加入5 mL硝酸,定容至刻度线,摇匀,备用。保存期限为1个月。

K.3 仪器与设备

仪器与设备应符合下列要求:

- 电感耦合等离子体发射光谱仪或等同性能的仪器;
- 锥形瓶:250 mL透明无色锥形瓶;
- 样品罐:500 mL,带内外盖,密封性好,塑料材质;
- 电热板或等同性能的加热装置:可调温,温度范围:室温-400 $^{\circ}\text{C}$;
- 磁棒:6000GS(允许偏差5%以内),选取直径约:18 mm,长度约:50 mm,外表:聚四氟乙烯材料,耐强酸碱;
- 电子天平:感量为0.01 g;
- 滚动机:转动速度可设置范围:60 r/min-100 r/min。

K.4 试样制备

K.4.1 清洁磁棒。将磁棒放入清洗干净的锥形瓶中,加入2.00 mL硝酸,6.00 mL盐酸,加水至浸没磁棒,置于加热装置上加热,将溶液加热到微沸,并保持30 min,加热过程中需摇晃至少3次,加热完毕后,取下锥形瓶,自然冷却至室温,然后用水将磁棒清洗3次,备用(注:清洗时需要用另一磁棒在锥形瓶外底部吸住瓶内磁棒,以防溶液倒出时磁棒掉出)。

K.4.2 称量样品。准确称取200 g $\pm$ 10 g(精确到0.01 g)样品于清洗干净的样品罐中。

K.4.3 吸附磁性物质。向装有样品的样品罐,加入300 mL无水乙醇,加入清洗干净的磁棒,盖紧罐盖,充分摇匀后,将样品罐置于滚动装置上,将滚动速度设置在60 r/min-80 r/min,滚动30 min,滚动过程中至少摇晃数次(至少3次)。

K. 4. 4 清洗滚动完毕后，取出磁棒装入锥形瓶中（取出过程：可用另一磁棒在样品罐外壁吸住罐内磁棒，缓慢将罐内磁棒拉入锥形瓶中），用水清洗后，加入50 mL无水乙醇，在超声波清洗仪上超声20 s，重复三次，然后再用水清洗磁棒及锥形瓶三次。清洗完成时需要用另一磁棒在锥形瓶外底部吸住瓶内磁棒，以防溶液倒出时磁棒掉出。

K. 4. 5 消解磁性物质。清洗完毕后，向装有磁棒的锥形瓶中加入1.5 mL硝酸，4.5 mL盐酸，加水约50 mL，置于电热板上加热，加热并保证微沸30 min且溶液不干涸，加热过程中需摇晃至少3次，摇晃过程中，尽量使酸液覆盖磁棒的表面。加热完毕后，取下，自然冷却至室温。将冷却后的溶液移至50 mL容量瓶中，用少量水洗涤锥形瓶和磁棒3次-4次，并加入容量瓶，然后定容。

K. 4. 6 空白样品制备。随同样品进行的空白试验。

K. 5 系列混合标准溶液配制

分别准确吸取贮备混合标准溶液0.00 mL、0.2 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.0 0mL、5 mL置于6个100 mL容量瓶中，各加入5 mL硝酸，定容至刻度线，摇匀，配制成铁、钴、铬、镍、锌元素浓度分别为0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.50 mg/L的校准空白及系列混合标准溶液。

K. 6 分析步骤

在选定的最佳工作条件下，待仪器稳定后，设置测定波长（可参考表K. 1），输入样品信息，将校准空白、系列标准溶液依次吸入，绘制标准曲线，然后再将试验空白及样品溶液以同样的方法直接测定。

表 K. 1 元素波长选择

元素	波长/nm
铁	238.204
钴	228.616
镍	231.604
铬	267.716
锌	213.857

K. 7 结果计算与数据处理

根据仪器自动显示数据读取结果，其最终结果是铁、钴、铬、镍、锌五者之和。

K. 8 试验报告应包含以下内容：

- a) 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- b) 分析结果及表示方法；
- c) 在测定中观察到的异常现象；
- d) 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附 录 L (规范性) 粉末压实密度的测定方法

L.1 原理

在外力的压缩过程中，随着粉末的移动和变形，较大的空隙被填充，颗粒间接触面积增大，使原子间产生吸引力且颗粒间的机械楔合作用增强，从而形成具有一定密度和强度的压坯。

注：本附录适用于用粉末压实密度仪测试试样的压实密度。

L.2 试剂与材料

试剂与材料应符合下列要求：

- 干净的软布或纸巾；
- 无水乙醇：分析纯。

L.3 仪器与设备

仪器与设备应符合下列要求：

- 压实密度仪，其中垫片直径 13 mm，顶柱直径 13 mm，金属圆柱套筒内径 13 mm；
- 分析天平：感量为 0.0001 g；
- 数显测厚仪：精度 0.001 mm。

L.4 分析步骤

L.4.1 用干净的软布（纸巾）擦拭压实密度仪的上下垫片、顶柱和金属圆柱套筒，必要时，用软布蘸无水乙醇擦拭风干。

L.4.2 将垫片、顶柱、金属圆柱套筒、垫盘按照测试时的顺序放好后放置于数显测厚仪上，按归零键。

L.4.3 取出顶柱和上垫片，称量 1 g 样品于套筒内，精确到 0.0001 g，记下重量为 m 。

L.4.4 再将垫片和顶柱分别从孔中缓缓滑下，连同垫盘一起安装在压实密度仪上，拧紧压力控制旋钮。

L.4.5 摇动压杠，同时观察压实密度仪上数显压力表上的数值，达到规定值 2200 Ib 后启动秒表 30 s 后松开压力控制旋钮，撤除压力，垫盘下降至一定高度，再拧紧压力控制旋钮。

L.4.6 连同垫盘一起取出顶柱、套筒和底片，放置于数显测厚仪上，10 s 内读取数显测厚仪上的数值，记为 H 。

L.5 结果计算与数据处理

试样中的压实密度 (g/cm^3) 按式 (L.1) 计算：

$$\rho = 10m / (S \times H) \quad (\text{L.1})$$

式中：

- m ——样品重量，单位为克 (g)；
- H ——样品压实后的厚度，单位为毫米 (mm)；
- S ——顶柱的横截面积，单位为平方厘米 (cm^2)。

L.6 试验报告应包含以下内容：

- 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- 分析结果及表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

附录 M
(规范性)
振实密度测定方法

M.1 原理

将一定量的粉末装在容器中，通过振动装置振动、旋转，直至粉末的体积不再减小。粉末的质量除以振实后的体积得到相应粉体振实密度。

注：本附录适用于用振实密度仪测试试样的振实密度。

M.2 仪器与设备

仪器与设备应符合下列要求：

- 电子天平：感量 0.0001 g；
- 玻璃量筒：经校准的玻璃量筒；
- 容积为：100 cm³，刻度高度约为 175 mm。刻度间距为 1 cm³，测量精度为 0.5 cm³，测试中量筒需要固定良好；
- 容积为：25 cm³，刻度高度约为 135 mm。刻度间距为 0.2 cm³，测量精度为 0.1 cm³。

M.3 振实装置

振实装置依靠凸轮的转动，带动导杆上下滑动并冲击砧座，使得量筒内的粉末逐渐被振实。其振幅为 3 mm，振动频率为每分钟 100 次-300 次，振动 1000 次。振实装置的示例如图 M.1 所示：

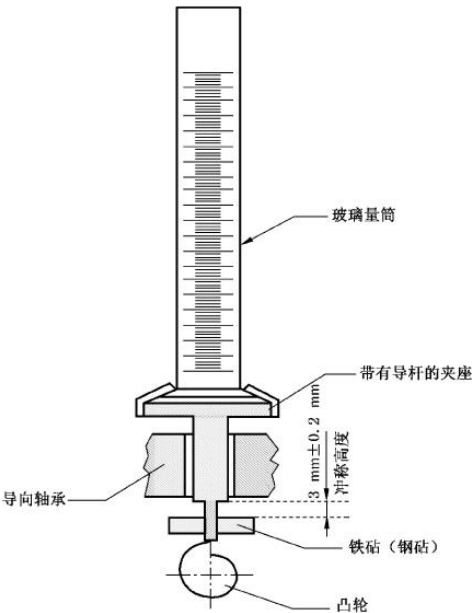


图 M.1 振实装置的示意图

M.4 分析步骤

M.4.1 用试管刷清洁量筒（见 M.2）内壁，也可用溶剂冲洗，如乙醇，如果使用溶剂，在使用前应彻底干燥量筒。

M.4.2 称量待测粉末，准确到0.0001 g。其粉末量应按表M.1选择。

表 M.1 粉末松装密度对照表

量筒容积/cm ³	粉末松装密度/（g/cm ³ ）	试验粉末量/g
100	≥1	100±0.5
	0.5-1	50±0.2
	0.3-0.5	25±0.1
	<0.3	15±0.1
25	>7	100±0.5
	2-7	50±0.2
	0.8-2	20±0.1
	<0.8	10±0.1

M.4.3 每次测量时，需做两个平行样，准确称量量筒的质量，记为m₁，将质量相等的石墨类入振实密度仪的左右两个量筒，应注意使粉末表面处于水平状态。

置量筒于振动装置（见M.3）上，用带有导杆的夹座加紧量筒，振动直至粉末的体积不变。

M.4.4 如果振实后粉末表面是水平的，可直接读数。如果振实后粉末表面不是水平的，则读出最高值和最低值，计算它们的平均值得到振实体积。读数时，使用100 cm³的量筒，精确到0.5 cm³；使用25 cm³的量筒，精确到0.1 cm³。

M.4.5 取下量筒，再次称量量筒和振实后样品的总质量m₂。

M.5 结果计算与数据处理，试样中的振实密度（g/mL）按式（M.1）计算。

$$\rho = (m_2 - m_1) / V$$

(M.1)

式中：

ρ——粉末的振实密度，单位为克每毫升（g/mL）；

m₁——量筒的质量，单位为克（g）；

m₂——振实后量筒与样品的总质量，单位为克（g）；

V——振实后的体积，单位为毫升（mL）。

取两支量筒测试结果的平均值作为样品的最终结果，两次结果的偏差不得大于0.02。

M.6 试验报告应包含以下内容：

- a) 生产批号、日期、时间、测试地点、测试人员、试验使用仪器型号等；
- b) 分析结果及表示方法；
- c) 在测定中观察到的异常现象；
- d) 任何不包括在本表中的操作或自由选择的试验条件。