

ICS 29.220.99
CCS K 82

团 体 标 准

T

T/TMAC ×××—2026

锂离子电池黑粉湿法冶金回收工艺规范

Specification for hydrometallurgical recovery process of lithium-ion battery black powder

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

已授权的专利证明材料为专利证书复印件或扉页，已公开但尚未授权的专利申请证明材料为专利公开通知书复印件或扉页，未公开的专利申请的证明材料为专利申请号和申请日期。

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中国技术市场协会 发布

中国技术市场协会（TMAC）是科技领域内国家一级社团，以宣传和促进科技创新，推动科技成果转移转化，规范交易行为，维护技术市场运行秩序为使命。为满足市场需要，做大做强科技服务业，依据《中华人民共和国标准化法》《团体标准管理规定》，中国技术市场协会有序开展标准化工作。本团体成员和相关领域组织及个人，均可提出修订 TMAC 标准的建议并参与有关工作。TMAC 标准按《中国技术市场协会团体标准管理办法》《中国技术市场协会团体标准工作程序》制定和管理。TMAC 标准草案经向社会公开征求意见，并得到参加审定会议多数专家、成员的同意，方可予以发布。

在本文件实施过程中，如发现需要修改或补充之处，请将意见和有关资料反馈至中国技术市场协会，以便修订时参考。

本作品著作权归中国技术市场协会所有。除了用于国家法律或事先得到中国技术市场协会正式授权或许可外，不许以任何形式复制本文件。第三方机构依据本文件开展认证、评价业务，须向中国技术市场协会提出申请并取得授权。

中国技术市场协会地址：北京市海淀区复兴路甲 23 号城乡华懋大厦 12 层 1217。

邮政编码：100036 电话：010-68270447 传真：010-68270453

网址：www.ctm.org.cn 电子信箱：136162004@qq.com

目 次

前 言.....	II
范围.....	3
2 规范性引用文件.....	3
3 术语和定义.....	3
4 工艺原理.....	4
5 原材料要求.....	4
5.1 黑粉.....	4
5.2 浸出剂.....	4
5.3 萃取剂.....	4
5.4 沉淀剂.....	4
6 设备要求.....	4
7 工艺过程.....	4
7.1 工艺流程.....	4
7.2 浆化.....	5
7.3 酸浸.....	5
7.4 固液分离.....	5
7.5 除杂.....	5
7.6 萃取分离.....	5
7.7 镍锂回收.....	5
7.8 干燥与包装.....	5
8 质量控制与检测.....	5
8.1 检测项目.....	5
8.2 不合格品控制.....	6
9 安全与环保.....	6
9.1 安全要求.....	6
9.2 环保要求.....	6

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。

本文件由中国技术市场协会提出并归口。

本文件起草单位：山西亚鑫格林清源循环科技有限公司、北京中研博采技术服务有限公司、北京六只猫创意科技有限公司、北京彬诚科技有限公司等单位。

本文件主要起草人：罗丰、陆剑、周伟、闫凤、乐志斌、夏卫彬、杨笛等。

锂离子电池黑粉湿法冶金回收工艺规范

1 范围

本文件规定了锂离子电池黑粉湿法冶金回收工艺的工艺原理、原材料要求、设备要求、工艺过程、质量控制与检测、安全与环保。

本文件适用于废旧锂离子电池经预处理得到的黑粉中镍、钴、锰、锂等有价金属的湿法回收生产过程。

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。

GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
GB 8978 污水综合排放标准
GB 12348 工业企业厂界环境噪声排放标准
GB 16297 大气污染物综合排放标准
GB 18597 危险废物贮存污染控制标准
GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法
GB 30871 危险化学品企业特殊作业安全规范
GB/T 36380 工业废硫酸的处理处置规范
GB/T 45203 锂离子电池回收利用 黑粉化学分析方法
HJ 781 固体废物 22种金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
YS/T 582 电池级碳酸锂

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

锂离子电池黑粉 lithium-ion battery black powder

废旧锂离子电池经放电、破碎、分选等预处理后得到的富含镍、钴、锰、锂及石墨的黑色混合粉体。

3.2

湿法冶金 hydrometallurgy

利用酸性或碱性溶液对黑粉进行浸出、净化、分离、沉淀等化学处理，回收有价金属的工艺过程。

3.3

浸出率 leaching efficiency

目标金属被浸出到溶液中的质量占黑粉中该金属总质量的百分比。

3.4

电池级碳酸钴 battery-grade cobalt carbonate

主含量不低于99.0%，杂质含量符合电池材料生产要求，可用于锂离子电池正极材料制备的碳酸钴产品。

3.5

电池级碳酸锂 battery-grade lithium carbonate

主含量不低于99.5%，杂质含量满足YS/T 582标准要求，适用于锂离子电池正极材料及电解质制备的碳酸锂产品。

3.6

电池级碳酸钠 battery-grade sodium carbonate

纯度不低于99.5%，杂质含量极低，符合电池材料生产用化学试剂要求的碳酸钠产品。

4 工艺原理

黑粉在酸性或碱性介质中，通过控制温度、酸（碱）浓度、氧化还原电位及反应时间，使黑粉中的镍、钴、锰、锂等有价金属选择性溶解进入溶液；经除杂、萃取、沉淀、结晶等步骤实现金属分离与富集；最终制得电池级硫酸盐、碳酸盐或其他化工产品。

5 原材料要求

5.1 黑粉

黑粉主要性能指标应满足表1要求。

表1 黑粉性能指标

项目	指标要求	试验方法	引用标准
含水率	≤5%	105 °C烘干至恒重	GB/T 6284
粒度D90	≤150 μm	激光衍射法	GB/T 19077
Ni+Co+Mn总质量分数	≥20%	电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）	GB/T 45203
Li质量分数	≥2%	ICP-OES	GB/T 45203
杂质Al、Cu、Fe总质量分数	≤5%	ICP-OES	HJ 781

5.2 浸出剂

工业级硫酸（H₂SO₄）质量分数不小于98%；工业级盐酸（HCl）质量分数不小于31%；工业级氢氧化钠（NaOH）质量分数不小于96%。

5.3 萃取剂

磷酸二（2-乙基己基）酯（P204）、磷酸三丁酯（TBP）等，纯度不小于95%，水分不大于0.5%。

5.4 沉淀剂

电池级碳酸钠（Na₂CO₃）、草酸（H₂C₂O₄·2H₂O），纯度不小于99.5%。

6 设备要求

主要设备技术参数见表2。

表2 主要设备技术参数

设备名称	关键参数	精度指标
浸出反应釜	有效容积不小于2m ³ ，夹套加热30 °C~95 °C，搅拌转速(30~300) r/min	温度±1 °C，转速±5 r/min
过滤器	板框/隔膜，过滤面积不小于5 m ² ，设计压力不小于0.6 MPa	滤饼含水率不大于35%
萃取箱	多级逆流，单级有效容积不小于100 L，有机相/水相比例可调	级效率不小于95%
沉淀反应釜	带搅拌、冷却，有效容积不小于1 m ³ ，温度控制在20 °C~90 °C	温度±1 °C
离心机	转鼓直径不小于400 mm，转速不小于1500 r/min，变频调速	脱水后滤饼含水率不大于25%
废水处理系统	处理能力不小于10 m ³ /h，含重金属废水达标排放	符合GB 8978

7 工艺过程

7.1 工艺流程

黑粉→浆化→酸浸→固液分离→除杂→萃取分离→反萃→沉淀/结晶→过滤洗涤→干燥→包装。

7.2 浆化

将黑粉与工艺水按质量比1: (3~5) 加入浆化槽, 常温搅拌30 min, 制成均匀矿浆。

7.3 酸浸

7.3.1 将矿浆泵入浸出反应釜, 加入浓硫酸, 控制初始酸浓度1.5 mol/L~2.5 mol/L, 液固比(6~10): 1, 温度70 °C~90 °C, 反应时间2 h~4 h。

7.3.2 通入空气或氧气, 氧化还原电位控制在(400~600) mV (vs. Ag/AgCl), 确保钴、锰完全浸出。

7.3.3 浸出终点Ni、Co、Mn浸出率均不小于95%, Li浸出率不小于90%。

7.4 固液分离

浸出矿浆经板框过滤, 滤液进入净化工序, 滤渣(石墨渣)含水率不大于35%, 按GB 18597贮存。

7.5 除杂

7.5.1 中和除铁: 用CaCO₃或NaOH调pH至3.5~4.0, 温度60 °C, 空气氧化1 h, 铁、铝沉淀率不小于90%。

7.5.2 深度除铜: 加入Na₂S或硫代乙酰胺, 控制pH 2.0~2.5, Cu沉淀率不小于98%。

7.6 萃取分离

7.6.1 P204萃取除杂: 有机相20% P204+80%磺化煤油, 相比O/A=1:2, 三级逆流, 平衡pH 2.5~3.0, Fe、Zn、Al去除率不小于95%。

7.6.2 Cyanex 272萃取钴: 有机相25% Cyanex 272+75%磺化煤油, 相比O/A=1:1, 平衡pH 5.0~5.5, 钴/镍分离系数不小于2000。

7.6.3 反萃钴: 用1.2 mol/L H₂SO₄, 相比O/A=2:1, 钴反萃率不小于99%。

7.7 镍锂回收

7.7.1 萃余液蒸发浓缩至Ni²⁺ ≥30 g/L;

7.7.2 加入电池级碳酸钠, 调整pH 7.0-7.5, 沉淀NiCO₃, 过滤、洗涤;

7.7.3 120 °C干燥得电池级碳酸钴(Co ≥46%, 杂质 ≤GB/T 45203限值);

7.7.4 母液二次浓缩至Li⁺ ≥15 g/L, 加入饱和碳酸钠, 90 °C反应1 h;

7.7.5 过滤、洗涤、120 °C干燥得电池级碳酸锂(Li₂CO₃ ≥99.5%, 符合YS/T 582及GB/T 45203)。

7.8 干燥与包装

沉淀物经离心脱水后, 在100 °C~120 °C下干燥4 h, 水分不大于0.5%, 自动称量、包装, 内衬两层PE袋, 外覆防潮编织袋, 净重25 kg ±0.2 kg。

8 质量控制与检测

8.1 检测项目

检测项目与频次见表3。

表3 质量控制检测要求

工序	检测项目	检测方法	指标要求	频次
黑粉	Ni、Co、Mn、Li含量	ICP-OES	符合5.1	每批
浸出液	Ni、Co、Mn、Li浓度	ICP-OES	浸出率不小于98%	每釜
除铁后液	Fe含量	ICP-OES	不大于10 mg/L	每釜
萃取余液	Co含量	ICP-OES	不大于5 mg/L	每班
碳酸钴	Co含量、杂质	ICP-OES	Co ≥46.0%; 杂质: Na ≤0.01%, Ca ≤0.01%, Fe ≤0.005%, Cu ≤0.005%, Al ≤0.005%, Pb ≤0.001%, Cd ≤0.001%	每批
碳酸锂	Li ₂ CO ₃ 主含量、Na、Ca、Fe	ICP-OES	不小于99.5%, 杂质符合YS/T 582	每批

8.2 不合格品控制

对检测不合格批次立即标识、隔离；按“返工—降级—报废”三级处理，并执行纠正预防措施。

9 安全与环保

9.1 安全要求

安全要求应符合下列规定：

- a) 作业人员须穿戴防酸服、护目镜、防毒面具；
- b) 酸区、萃取区设置应急喷淋与洗眼器，配备2%NaHCO₃溶液；
- c) 压力容器、管道定期探伤，安全阀每年校验；
- d) 动火作业执行GB 30871规定，设专人监护。

9.2 环保要求

环保要求应符合下列规定：

- a) 废气：酸雾经两级碱洗塔处理，HCl、H₂SO₄排放浓度不大于10 mg/m³，符合GB 16297；
 - b) 废水：重金属废水经“中和+硫化+膜分离”处理，Ni、Co、Mn≤0.1 mg/L；Cu≤0.5 mg/L；Zn≤1 mg/L；COD≤80 mg/L；pH 6 - 9；其余指标符合GB 8978规定；
 - c) 废渣：石墨渣、铁铝渣按GB 18597分类贮存，委托有资质单位处置；
 - d) 车间噪声不大于65 dB (A)，符合GB 12348。
-