

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

电池用二氧化钛

Titanium dioxide for batteries

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(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。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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。

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。本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

电池用二氧化钛

1 范围

本文件规定了电池用二氧化钛的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。本文件适用于电池用二氧化钛。

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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 1706—2006 二氧化钛颜料

GB/T 5211.3 颜料和体质颜料通用试验方法第3部分：105℃挥发物的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 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 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 33827 锂电池用纳米负极材料中磁性物质含量的测定方法

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式：TiO₂。

相对分子质量：79.86（按2018年国际相对原子质量）。

5 要求

5.1 外观：白色粉末。

5.2 电池用二氧化钛按本文件规定的试验方法检测应符合表1的规定。

表 1

项 目		指标
二氧化钛 (TiO ₂) (以灼烧减量计) w/%	≥	99.0
铁 (Fe) w/%	≤	0.005
铜 (Cu) w/%	≤	0.005
锌 (Zn) w/%	≤	0.004
铬 (Cr) w/%	≤	0.005
镍 (Ni) w/%	≤	0.005
钠 (Na) w/%	≤	协商
钾 (K) w/%	≤	协商
105℃挥发物 w/%	≤	1.5
灼烧减量 (以干基计) w/%	≤	0.5
磁性异物 w/%		协商
粒度 (D ₅₀) /μm		协商
比表面积/ (m ² /g)		协商

6 试验方法

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。本试验方法中使用高压氩气钢瓶，应按高压钢瓶安全操作规定操作；点燃等离子体后，应尽量少开屏蔽门，防止高频辐射伤害身体。

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008表1中规定的三级水。试验中所用的制剂及制品，在没有注明其它规定时，均按HG/T 3696.3的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.3 二氧化钛含量的测定

称取约0.2 g已于875℃±25℃下灼烧至质量恒定的试样，精确至0.000 2 g。按GB/T 1706—2006中7.1的规定进行测定。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2 %。

6.4 钠、钾、铜、锌、铬、镍含量的测定

6.4.1 原子吸收分光光度法（仲裁法）

6.4.1.1 原理

基于空心阴极灯发射出的待测元素的特征谱线，通过试样蒸汽，被蒸汽中待测元素的基态原子所吸收，由特征谱线被减弱的程度，来测定试样中待测元素的方法。

6.4.1.2 试剂或材料

6.4.1.2.1 氢氟酸：优级纯。

6.4.1.2.2 钠、钾、铜、锌、铬、镍标准贮备液：1000 µg/mL。

6.4.1.2.3 二级水：符合GB/T 6682—2008规定。

6.4.1.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有钠、钾、铜、锌、铬、镍空心阴极灯。

6.4.1.4 试验步骤

6.4.1.4.1 试验溶液的制备

称取约0.5g试料A(见6.10.3)，精确到0.000 2g，置于高温高压消解罐内，加5 mL氢氟酸，在150 °C的烘箱内消解150 min。消解完后，取出冷却至室温，将消解后的溶液转移至50 mL的聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.4.1.4.2 空白试验溶液的制备

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。

6.4.1.4.3 标准曲线的绘制

根据样品中各元素含量不同，对标准贮备液进行稀释制备工作母液，按表2规定，从稀释好的工作母液中移取不同体积，用水稀释至刻度，配制成不同浓度梯度的标液，摇匀，待测。样品不同元素对应的曲线标液浓度不一致。

表 2

杂质元素	系列标准溶液的质量浓度 (µg/mL)					
	1	2	3	4	5	6
钠	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6
钾	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6
铜	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0
锌	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6
铬	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0
镍	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0

6.4.1.4.4 测定波长

在仪器最佳的测定条件下，按表3给出的杂质元素测定波长，测定标准溶液中各待测杂质元素的发射强度，以杂质元素标准溶液的质量浓度 (µg/mL) 为横坐标，对应的发射强度为纵坐标绘制标准曲线。

表 3

杂质元素	钠	钾	铜	锌	铬	镍
测定波长/nm	589.0	766.5	324.7	213.9	357.9	232.0

6.4.1.5 测定

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，根据测定元素不同，选择表3给出的波长，用水调零，测定不同浓度梯度标准溶液的吸光度。以标准溶液浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

按照相同条件测定空白溶液和试验溶液中各待测杂质元素的吸光度值，从标准曲线上查出待测杂质元素的质量浓度。

6.4.1.6 试验数据处理

杂质元素含量以质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{m} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

V ——溶液定容体积的数值，单位为毫升（mL）；

c_1 ——试验溶液中待测元素质量浓度的数值，单位为毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

c_0 ——空白溶液待测元素质量浓度的数值，单位为毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.000 5 %。

6.4.2 电感耦合等离子体发射光谱法

按6.6条进行测定。

6.5 铁含量的测定

6.5.1 分光光度法（仲裁法）

6.5.1.1 原理

同GB/T 3049-2006第3章。

6.5.1.2 试剂或材料

6.5.1.2.1 硫酸铵。

6.5.1.2.2 浓硫酸。

6.5.1.2.3 其余同GB/T 3049-2006第4章。

6.5.1.3 仪器设备

分光光度计：带有光程为4 cm或5 cm的比色皿。

6.5.1.4 试验步骤

6.5.1.4.1 工作曲线的绘制

使用4 cm 或5 cm 的比色皿，取相应体积的铁标准溶液，按GB/T 3049—2006第6.3条规定绘制工作曲线。

6.5.1.4.2 测定

称取0.3 g试样，准确至0.000 2 g，置于100 mL干燥的烧杯中，加3 g硫酸铵和5 mL硫酸，混匀，置于电炉上慢慢加热，至试样全部溶解至澄清，冷却至室温。消解方法同ICP以下按GB/T 3049—2006第6.4条从“必要时，加水至60 mL……”开始进行操作。从工作曲线上查出相应的铁含量。

同时同样作空白试验，空白试验除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

6.5.1.4.3 试验数据处理

铁含量以质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.002%。

6.5.2 电感耦合等离子体发射光谱法

按6.6条进行测定。

6.6 钠、钾、铁、铜、锌、铬、镍含量的测定

6.6.1 原理

试样经酸溶解后，由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体，在高温和惰性气体中被充分蒸发、原子化、电离和激发，发射出所含元素的特征谱线，根据元素浓度与元素特征谱线强度的关系，对相应元素进行定量分析。

6.6.2 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.6.3 试剂或材料

6.6.3.1 硝酸溶液：1+19，用优级纯配制。

6.6.3.2 氢氟酸：优级纯。

6.6.3.3 钠、钾、铁、铜、锌、铬、镍标准贮备溶液：1 mL 溶液含钠（Na）、钾（K）、铁（Fe）、铜（Cu）、锌（Zn）、铬（Cr）、镍（Ni）分别为 1 mg，按 HG/T 3696.2 配制各元素标准贮备溶液，或者采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准贮备溶液。

6.6.3.4 钠、钾、铁、铜、锌、铬、镍混合标准溶液：1 mL 溶液含钠、钾、铁分别为 0.01 mg，1 mL 溶液含铜、锌、铬、镍分别为 0.001 mg，分别用移液管移取 1 mL 钠、钾、铁标准贮备溶液，0.1 mL 铜、锌、铬、镍标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液使用前配制。

6.6.3.5 水：符合 GB/T 6682—2008 中二级水的规定。

6.6.4 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.6.5 试验步骤

6.6.5.1 试验溶液的制备

称取约0.5 g 试料A(见6.10.3)，精确到0.000 2g，于高温高压消解罐内，加5 mL 氢氟酸，在150 °C 的烘箱内消解150 min。消解完后，取出冷却至室温，将消解后的溶液转移至50 mL 的聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。参照YS/T 568.8 称取约0.1g 试料A，置于聚四氟乙烯烧杯中，加2 mL 氢氟酸、3 mL 硝酸，2mL 氢氟酸石墨加热板150°C 60min消解完全。

6.6.5.2 标准曲线的绘制

在6个100 mL 容量瓶中，分别移入0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 的混合标准溶液，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

表 4

杂质元素	系列标准溶液的质量浓度 (μg/mL)						
	1	2	3	4	5	6	7
钠	0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
钾	0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0

铁	0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
铜	0	0.01	0.02	0.04	0.06	0.08	0.10
锌	0	0.01	0.02	0.04	0.06	0.08	0.10
铬	0	0.01	0.02	0.04	0.06	0.08	0.10
镍	0	0.01	0.02	0.04	0.06	0.08	0.10

在仪器最佳的测定条件下，按表5给出的杂质元素测定波长，测定标准溶液中各待测杂质元素的发射强度，以杂质元素标准溶液的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的发射强度为纵坐标绘制标准曲线。

表 5

杂质元素	钠	钾	铜	锌	铬	镍
测定波长/nm	589.592	766.491	324.754	202.613	267.716	221.648
注：测定谱线选择的原则为避开谱线干扰，在保证足够灵敏度的前提下根据方法选择最佳谱线。						

6.6.5.3 试验

按照6.6.5.2相同条件测定试验溶液中各待测杂质元素的发射强度。由仪器软件自动计算出被测杂质元素的质量浓度（mg/L）。

同时同样做空白试验，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。

6.6.6 试验数据处理

杂质元素含量以质量分数 w_i 计，按公式（3）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 10^{-3} \times 100 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

ρ_i ——试验溶液中待测元素质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——空白试验溶液中待测元素质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

100——试验溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于%。

6.7 磁性异物

按照GB/T 33827 的规定。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值%。

6.8 粒度的测定

6.8.1 试剂或材料

无水乙醇。

6.8.2 仪器设备

6.8.2.1 激光粒度分析仪：量程应满足检测的粒径范围。

6.8.2.2 超声波分散仪：功率大于 100 W。

6.8.3 试验步骤

根据激光粒度分析仪的要求称取一定量的试样，加入100 mL水，加入1.0 mL~1.5 mL无水乙醇分散剂，将试样溶液置于超声波分散仪上，进行超声分散3 min。按激光粒径分析仪的操作步骤测定试样的粒径分布，折射率为2.741。以D₅₀报告测定结果。

6.9 比表面积

按照GB/T 19587规定的方法进行测定。

6.10 105℃挥发物的测定

6.10.1 原理

试样在105℃±2℃的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。根据试样减少的质量，计算干燥减量。

6.10.2 仪器设备

6.10.1.1 称量瓶：Φ50 mm×30 mm。

6.10.1.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在105℃±2℃。

6.10.3 试验步骤

用已于105℃±2℃下干燥至质量恒定的称量瓶称取约10 g试样，精确至0.01 g，在电热恒温干燥箱中，于105℃±2℃下干燥至质量恒定。保留此试料为试料A供灼烧减量测定用。

6.10.4 试验数据处理

105℃挥发物以质量分数 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

m_1 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

6.11 灼烧减量的测定

6.11.1 仪器设备

高温炉：温度能控制在875℃±25℃。

6.11.2 试验步骤

称取约2 g试样A，精确至0.000 2 g，置于预先于875℃±25℃下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，置于高温炉中，在875℃±25℃下灼烧至质量恒定。

6.11.3 试验数据处理

灼烧减量以质量分数 w_4 计，按公式（5）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (5)$$

式中：

m_1 ——灼烧前试料和瓷坩埚质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——灼烧后试料和瓷坩埚质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

7 检验规则

- 7.1 本文件要求中规定的全部项目为出厂检验项目，应逐批检验。
- 7.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的电池用二氧化钛为一批。每批产品不超过 30 t。
- 7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。每袋所取试样不少于 50 g；将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 1000 g，分装入两个干燥、清洁的广口瓶或塑料袋中，密封，粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、型号、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶（袋）用于检验，另一瓶（袋）保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。
- 7.4 检验结果如有指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。
- 7.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

- 8.1 电池用二氧化钛包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本文件编号和 GB/T 191—2008 表 1 中规定的“怕雨”标志。
- 8.2 每批出厂的电池用二氧化钛都应附有质量证明书，质量证明书内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

9 包装、运输、贮存

- 9.1 电池用二氧化钛采用双层包装。内包装采用牛皮纸、聚乙烯薄膜袋或铝塑复合薄膜袋，袋口用维尼龙绳扎紧，或用与其相当的其他方式封口，应严密不漏；外包装采用纸袋、编织袋、吨袋、纸箱、纸桶或塑料桶等包装。每袋净含量 10kg、25 kg。如需其他包装方式，可由供需双方另行协商确定。
- 9.2 电池用二氧化钛在运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、受潮，包装不得受到污损。运输工具应清洁、干燥。
- 9.3 电池用二氧化钛应贮存于干燥处，防止雨淋、受潮。
-