

### 电池用磷酸锰铁

Manganese iron phosphate for battery materials

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

(本草案完成时间: 2024.6.5)

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

## 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/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

# 电池用磷酸锰铁

## 1 范围

本文件规定了电池用磷酸锰铁的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。  
本文件适用于电池用磷酸锰铁。

注：本产品主要用于制造锂离子电池正极材料磷酸锰铁锂。

## 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 5162 金属粉末 振实密度的测定

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 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 6730.61—2005 铁矿石 碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

GB/T 19587 气体吸附BET法测定固态物质比表面积

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

## 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

二水磷酸锰铁： $Mn_{1-x}Fe_xPO_4 \cdot 2H_2O$  ( $x=0.05\sim 0.5$ )

## 5 要求

5.1 外观：颜色均一的灰色、黑色或褐色粉末，无结块。

5.2 电池用磷酸锰铁按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表1 技术要求

项目	指标
铁+锰 (Fe+Mn) w/%	30~36.5
磷 (P) w/%	18~20.5
(铁+锰)/磷比	0.95~1.00
钠 (Na) w/%	≤ 0.06
钾 (K) w/%	≤ 0.02
钙 (Ca) w/%	≤ 0.02
镁 (Mg) w/%	≤ 0.05
铜 (Cu) w/%	≤ 0.005
锌 (Zn) w/%	≤ 0.01
铅 (Pb) w/%	≤ 0.005
硫 (S) w/%	≤ 0.06
磁性物质 w/%	≤ 0.00025
水分 w/%	≤ 0.5
振实密度/ (g/cm <sup>3</sup> )	≥ 0.6
粒度 (D <sub>50</sub> ) /μm	2~10
比表面积	3~20

## 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 铁含量的测定

#### 6.3.1 原理

在强酸性条件下，用氯化亚锡将试验溶液中的大部分Fe<sup>3+</sup>还原成Fe<sup>2+</sup>，必要时滴加过氧化氢消去过量的Sn<sup>2+</sup>，以钨酸钠溶液为指示剂，以三氯化钛进一步将Fe<sup>3+</sup>还原成Fe<sup>2+</sup>。然后以二苯胺磺酸钠为指示

剂，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定溶液呈稳定的紫红色即为终点，根据重铬酸钾标准滴定溶液消耗量计算得铁含量。

### 6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 过氧化氢。

6.3.2.2 盐酸。

6.3.2.3 硫酸-磷酸混合溶液：将 15 mL 硫酸缓慢加至 70 mL 水中，冷却后加入 15 mL 磷酸混匀。

6.3.2.4 氯化亚锡溶液：100 g/L，称取 10.0 g 氯化亚锡（ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ），置于干燥的烧杯中，溶于 40 mL 盐酸，用水稀释至 100 mL，加一粒锡粒，置棕色瓶中保存。

6.3.2.5 三氯化钛溶液：2%，移取 10 mL 三氯化钛溶液（15%~20%），用盐酸溶液（1+9）稀释至 100 mL，置棕色瓶中保存。可临用前配置。

6.3.2.6 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。按下列步骤配制和试验数据处理：

- 配制：称取  $2.45 \text{ g} \pm 0.2 \text{ g}$  于  $120 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  干燥至质量恒定的基准重铬酸钾，精确至  $0.0001 \text{ g}$ ，溶于水，全部转移至 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- 试验数据处理：重铬酸钾标准滴定溶液的浓度 $[c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)]$ ，数值以摩尔每升（mol/L）表示，按公式（1）计算：

$$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = \frac{m \times 1000}{V \times M} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m$ ——称取基准重铬酸钾质量的数值，单位为克（g）；

$V$ ——重铬酸钾溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$M$ ——重铬酸钾（ $1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=49.03$ ）。

6.3.2.7 钨酸钠指示液：10%，取 10.0 g 钨酸钠（ $\text{NaWO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶于 85 mL 水中，加 5.0 mL 磷酸，混匀，置棕色瓶中保存。

6.3.2.8 二苯胺磺酸钠指示液（5 g/L）。

### 6.3.3 仪器设备

试验筛： $\phi 200 \times 50 - 0.1 / 0.071$  GB/T 6003.1—2012。

### 6.3.4 试验步骤

#### 6.3.4.1 试验溶液 A 的制备

称取 4 g 过筛后的试样，精确至  $0.0002 \text{ g}$ ，置于 250 mL 烧杯中，用少量水润湿，加入 25 mL 盐酸，盖上表面皿，在通风橱中低温加热溶解，用少量水冲洗表面皿，冷却后（必要时过滤）转移至 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此为试验溶液 A，供铁含量、锰含量、磷含量测定用。

#### 6.3.4.2 试验

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A，置于 250 mL 锥形瓶中，加 5 mL 盐酸，加热至近沸，趁热边摇动锥形瓶边逐滴加入氯化亚锡溶液，至溶液颜色由棕黄色变为浅黄色（如果加入过量氯化亚锡溶液变为无色，则滴加过氧化氢至溶液呈浅黄色）。

加 4 滴~5 滴钨酸钠指示液，边摇边逐滴滴加三氯化钛溶液，至溶液呈浅蓝色。立即流水冷却，加 50 mL 水，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至蓝色刚好褪去（一般 1 滴~2 滴，不记读数）。加水稀释至 100 mL，加入 10 mL 硫酸-磷酸混合溶液，3 滴~4 滴二苯胺磺酸钠指示液（5 g/L），用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至稳定的紫红色（30 s 不消失）为终点。

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

### 6.3.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 $w_1$ 计，按公式（2）计算：

$$w_1 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M \times 10^{-3}}{m \times 10 / 250} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$V_0$ ——滴定空白试验溶液所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_1$ ——滴定试验溶液所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$  ——重铬酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$M$ ——铁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=55.85$ ）。

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%。

## 6.4 锰含量的测定

### 6.4.1 原理

试样经盐酸溶解后，在焦磷酸钠介质中，调节溶液pH为6~7，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至电位突跃即为终点，根据滴定消耗的高锰酸钾标准滴定溶液体积计算锰含量。

### 6.4.2 试剂或原料

6.4.2.1 盐酸（1+1）。

6.4.2.2 碳酸钠溶液：50 g/L，称取 50 g 无水碳酸钠（ $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ），溶于 1000 mL 水中，混匀。

6.4.2.3 焦磷酸钠饱和溶液：称取 200 g 焦磷酸钠（ $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ），置于 2000 mL 锥形瓶中，加入约 1000 mL 温水，不断搅拌直至焦磷酸钠不再溶解。冷却，静置，取上层饱和溶液。

6.4.2.4 锰标准贮存溶液：1 mL 溶液含锰（Mn）0.01 mg。选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液（1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）准确稀释，此溶液现用现配。

6.4.2.5 高锰酸钾标准滴定溶液[ $c(1/5 \text{KMnO}_4) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ ]的配制：称取 1.65 g 高锰酸钾于 2000 mL 锥形瓶中，加入 1000 mL 水溶解，至少放置 6 天。用 G4 玻璃砂芯坩埚抽滤，滤液保存于棕色玻璃瓶中，混匀。

6.4.2.6 高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(1/5 \text{ KMnO}_4) \approx 0.05 \text{ mol/L}]$ 的标定：现用现标。移取 20.00 mL 锰标准溶液，记为  $V_2$ ，于 500 mL 烧杯中，边搅拌边加入 150 mL 焦磷酸钠饱和溶液，用盐酸和碳酸钠溶液调节溶液 pH 为 6~7 [用 pH 计或溴百里香酚蓝指示剂溶液判断]。在电位滴定仪上用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至电位突跃即为终点，记录消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，记为  $V_1$ 。

随同标定做空白测定，记录消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，记为  $V_0$ 。

按式 (3) 计算高锰酸钾标准滴定溶液对锰的滴定度，记为  $T$ ：

$$T = \frac{\rho \cdot V_2}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$T$ ——高锰酸钾标准滴定溶液对锰的滴定度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

$\rho$ ——移取的锰标准溶液的质量浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

$V_2$ ——移取的锰标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$V_1$ ——滴定时消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$V_0$ ——空白试验时消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

平行标定三份，三份溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL，取其平均值。计算结果保留四位有效数字。数字修约按 GB/T 8170 的规定执行。

6.4.2.7 溴百里香酚蓝指示剂溶液：0.4 g/L，称取 0.04 g 溴百里香酚蓝 ( $\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{O}_5\text{SBr}_2$ )，溶于 50 mL 无水乙醇中，用水稀释至 100 mL，混匀。

### 6.4.3 仪器设备

电位滴定仪，附搅拌装置及与仪器匹配的用于氧化还原滴定的电极（铂-饱和甘汞电极、铂-钨电极、铂-铂电极、复合电极或其他符合要求的电极）。

### 6.4.4 试验步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A（见 6.3.4.1），置于 250 mL 烧杯中，边搅拌加入 150 mL 焦磷酸钠饱和溶液。用盐酸和碳酸钠溶液调节溶液 pH 为 6~7，将试液和空白试液分别置于电位滴定仪上，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至电位突跃即为终点，记录消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积。

### 6.4.5 试验数据处理

锰含量以锰的质量分数  $w_2$  计，按公式 (4) 计算：

$$w_2 = \frac{T \cdot V \cdot (V_5 - V_4) \times 10^{-3}}{m \cdot V_3} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$T$ ——高锰酸钾标准滴定溶液对锰的滴定度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

$V$ ——试液定容的总体积，单位为毫升 (mL)；

$V_5$ ——滴定试料所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$V_4$ ——滴定空白试验所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$m$ ——称取试料的质量，单位为克 (g)；

$V_3$ ——分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示至小数点后两位。数字修约按 GB/T 8170 的规定执行。

## 6.5 磷含量的测定

### 6.5.1 原理

在酸性介质中，磷酸盐与喹钼柠酮反应生成黄色磷钼酸喹啉沉淀，经过滤、洗涤、干燥、称量，计算磷含量。

### 6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 盐酸。

6.5.2.2 硝酸溶液：1+1。

6.5.2.3 喹钼柠酮溶液。

### 6.5.3 仪器设备

6.5.3.1 玻璃砂坩埚：孔径为 5  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ 。

6.5.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 180  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  5  $^{\circ}\text{C}$ 。

### 6.5.4 试验步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A（见 6.3.4.1），置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL 此试验溶液，置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸溶液，加水至约 100 mL，盖上表面皿，缓慢加热煮沸，并保持微沸 5 min 后，加入 50 mL 喹钼柠酮溶液，保温 30 s（加试剂和加热时不用明火，加试剂或加热时不能搅拌，以免生成凝块）。冷却至室温，冷却过程中搅拌 3 次~4 次。用预先在 180  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  5  $^{\circ}\text{C}$  干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤上层清液，用倾析法洗涤沉淀 5 次~6 次，每次用水约 20 mL。将沉淀转移至玻璃砂坩埚中，继续用水洗涤 3 次~4 次。将玻璃砂坩埚连同沉淀置于 180  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  5  $^{\circ}\text{C}$  的电热恒温干燥箱中烘 45 min，取出稍冷后，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至 0.000 2 g。

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。

### 6.5.5 试验数据处理

磷含量以磷（P）的质量分数  $w_3$  计，按公式（5）计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.0140}{m \times (10/250) \times (25/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$m_1$ ——试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——空白试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值，单位为克（g）；

$m$  ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

0.0140——磷钼酸喹啉换算成磷的系数。

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%。

## 6.6 （铁+锰）/磷比

（铁+锰）/磷比以铁和锰摩尔数之和与磷摩尔数的比值 $M_s$ 计，按公式（6）计算：

$$M_s = \frac{w_1 + w_2}{w_3} \times a \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$w_1$ ——6.3.5测得的铁（Fe）的质量分数；

$w_2$ ——6.4.5测得的锰（Mn）的质量分数；

$w_3$ ——6.5.5测得的磷（P）的质量分数；

$a$  ——产品中磷元素和（铁+锰）元素的摩尔比。

## 6.7 钠含量、钾含量、钙含量、镁含量、铜含量、锌含量、铅含量的测定

### 6.7.1 原理

试样以盐酸溶解，采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素（钠、钾、钙、镁、铜、锌、铅）特征谱线的强度，以工作曲线法定量。

### 6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 盐酸：优级纯。

6.7.2.2 钠、钾、钙、镁、铜、锌、铅标准溶液：1 mL 溶液含（Na、K、Ca、Mg、Cu、Zn、Pb）0.01 mg。选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液（1000  $\mu\text{g/mL}$ ）准确稀释，此溶液现用现配。

6.7.2.3 水：按 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的一级水。

### 6.7.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 6.7.4 试验步骤

#### 6.7.4.1 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 标准溶液（见 6.7.2.2）分别置于 7 个 100 mL 容量瓶中，分别加入 2 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定，分析谱线波长和仪器工作条件参见附录 A。以标准溶液的质量浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）为横坐标，对应的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 6.7.4.2 试验

称取1 g试样，精确至0.000 2 g，置于250 mL烧杯中，用少量水润湿，加入20 mL盐酸，盖上表面皿，在通风橱中低温加热至近干，冷却后转移至100 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪，按照6.7.4.1相同条件测定相应待测元素的发射强度值。若测定试验溶液的光谱强度超出工作曲线的范围，则应对试验溶液进行适当稀释，并保持酸度与稀释前一致。在标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓度。

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。

#### 6.7.4.3 试验数据处理

待测元素（钙、镁、钠、钾、铜、锌、镍、锰、铝、钛、钴、铅、铬）的含量以待测元素（Na、K、Ca、Mg、Cu、Zn、Pb）的质量分数 $w_i$ 计，按公式（7）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times k \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$\rho_i$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$k$ ——试验溶液的稀释倍数。

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算术平均值的10%。

### 6.8 硫含量的测定

#### 6.8.1 原理

试样于高频感应炉的氧气流中加热燃烧，生成的二氧化硫由氧气载至红外线分析器的测量室，二氧化硫吸收某特定波长的红外能，其吸收能与其浓度成正比，根据检测器接受能量的变化可测得硫含量。

#### 6.8.2 试剂或材料

按照GB/T 6730.61—2005第4章的规定。

#### 6.8.3 仪器设备

按照GB/T 6730.61—2005第5章的规定。

#### 6.8.4 试验步骤

称取0.2 g按照6.10灼烧后的试样，精确至0.000 2 g，然后按GB/T 6730.61—2005第7章的规定测定。

#### 6.8.5 试验数据处理

按照GB/T 6730.61—2005第8章的规定。

## 6.9 磁性物质含量的测定

### 6.9.1 原理

试样中的磁性物质以磁棒吸附后用王水溶解,采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定磁性物质元素(铁、锌、镍、铬)特征谱线的强度,以工作曲线法定量,通过计算得到磁性物质含量。

### 6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 王水:用优级纯盐酸和优级纯硝酸配制。

6.9.2.2 无水乙醇。

6.9.2.3 磁性物质标准溶液I(锌、镍、铬混合标准溶液):1 mL溶液含(Zn、Ni、Cr) 0.01 mg。选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液(1000  $\mu\text{g/mL}$ )准确稀释,此溶液现用现配。

6.9.2.4 磁性物质标准溶液II(铁磷混合标准溶液):1 mL溶液含(Fe、P) 0.01 mg。选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液(1000  $\mu\text{g/mL}$ )准确稀释,此溶液现用现配。

6.9.2.5 水:按 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的一级水。

### 6.9.3 仪器设备

6.9.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.9.3.2 罐磨机。

6.9.3.3 磁棒:圆柱形, $\phi 17\text{ mm}\times L52\text{ mm}$ ,聚四氟乙烯涂层密封,磁力强度 6000 Gs 以上。

### 6.9.4 试验步骤

#### 6.9.4.1 工作曲线的绘制

移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL磁性物质标准溶液(见6.9.2.3和6.9.2.4)分别置于6个100 mL容量瓶中,分别加入2 mL盐酸,用水稀释至刻度,摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定,分析谱线波长和仪器工作条件参见附录A。以标准溶液的质量浓度( $\mu\text{g/mL}$ )为横坐标,对应的发射强度值为纵坐标,绘制工作曲线。

#### 6.9.4.2 试验

称取150 g试样,精确至0.01g,置于可密封的500 mL塑料瓶中,加入150 mL无水乙醇和300 mL水,放入干净磁棒,盖上瓶盖拧紧,用罐磨机(转速110 rpm)滚动30 min。混合吸附结束后,用磁铁在容器外侧将磁棒吸附住,倒掉溶液,用水冲洗干净磁棒(必要时可超声清洗30 s)。将磁棒转入250 mL烧杯中,加15 mL王水,再加40 mL水,盖上表面皿,在加热板上加热微沸至10 mL~20 mL左右时取下,冷却至室温后,将溶液全部转移至100 mL容量瓶中,用少量水清洗磁棒三次倒入容量瓶中,最后用水稀释至刻度,摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪,按照6.9.4.1相同条件测定相应待测元素的发射强度值。在标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓度。

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。

### 6.9.5 试验数据处理

待测元素（铁、锌、镍、铬、磷）的含量以待测元素（Fe、Zn、Ni、Cr、P）的质量分数 $w_j$ 计，按公式（8）计算：

$$w_j = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

磁性物质含量以质量分数 $w_4$ 计，按公式（9）计算：

$$w_4 = w_{\text{Fe}} - b \times w_{\text{P}} + w_{\text{Zn}} + w_{\text{Ni}} + w_{\text{Cr}} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$w_{\text{P}}$ ——磁棒所吸附试样中磷（P）的含量，按公式（8）计算；

$w_{\text{(Fe, Zn, Ni, Cr)}}$ ——磁性物质（铁、锌、镍、铬）的含量，按公式（8）计算；

$b$ ——产品中铁元素和磷元素的摩尔比；

$\rho_i$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$m$ ——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，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的10%。

## 6.10 水分的测定

### 6.10.1 仪器设备

6.10.1.1 瓷坩埚：30 mL；

6.10.1.2 高温炉：温度能控制在  $550\text{ }^\circ\text{C} \pm 10\text{ }^\circ\text{C}$ 。

### 6.10.2 试验步骤

称取 2.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于已在  $550\text{ }^\circ\text{C} \pm 10\text{ }^\circ\text{C}$  条件下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，放置在  $550\text{ }^\circ\text{C} \pm 10\text{ }^\circ\text{C}$  的高温炉中灼烧 2 h，稍冷取出置于干燥器中，冷却至室温后称重。

### 6.10.3 试验数据处理

水分以质量分数  $w_5$  计，按公式（10）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (10)$$

式中：

$m_1$ ——灼烧前试样和瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——灼烧后试样和瓷坩埚的质量的数值，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 振实密度的测定

按照 GB/T 5162 规定的方法进行测定。

## 6.12 粒度的测定

### 6.12.1 试剂或材料

无水乙醇。

### 6.12.2 仪器设备

6.12.2.1 激光粒度分析仪：量程应满足检测的粒径范围。

6.12.2.2 超声波分散仪：功率大于 100 W。

### 6.12.3 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 2.940。以  $D_{50}$  报告测定结果。

## 6.13 比表面积的测定

按照 GB/T 19587 规定的方法进行测定。吸附气体为氮气；脱气条件：180 °C，1 h。

## 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产品为一批。每批产品不超过 10 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 产品包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、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”、“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、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 产品采用双层包装。内包装采用双层聚乙烯塑料薄膜袋；外包装采用覆膜塑料编织袋。每袋净含量为 25 kg 或 50 kg。也可根据用户要求进行包装。

9.2 产品运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮和暴晒。

9.3 产品应贮存于阴凉、干燥的仓库内。

## 附录 A (资料性) 参考仪器工作条件

### A.1 分析谱线参考波长

使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素（钠、钾、钙、镁、铜、锌、铅、镍、铬、铁、磷）含量的分析谱线波长参见表A.1。

表 A.1 分析谱线波长

元素名称	波长 (nm)
Na	588.995
K	404.720、766.491
Ca	317.933、393.366
Mg	285.213、279.553
Cu	324.754、327.396
Zn	206.200
Pb	220.353
Ni	231.604
Cr	267.716、205.560
Fe	259.94
P	213.618

### A.2 仪器参考工作参数

使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素（钠、钾、钙、镁、铜、锌、铅、镍、铬、铁、磷）含量的仪器工作条件参见表A.2。

表 A.2 仪器工作参数

项目	参数
功率	1400 W
雾化气流量	0.7 L/min
辅助气流量	0.2 L/min
等离子气流量	15.0 L/min
蠕动泵流速	1.5 mL/min
观测模式	水平（轴向）
峰处理方式	峰面积积分
自动积分	2 s~10 s
读数延迟	20 s
冲洗时间	10 s
重复次数	2次

---