



中华人民共和国国家标准

GB/T 45328—2025

碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中 磁性异物金属颗粒的测定 洁净度仪测试法

Determination of magnetic foreign metal particles in lithium carbonate, lithium hydroxide monohydrate and lithium chloride—Cleanliness meter test method

2025-02-28 发布

2025-09-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本文件起草单位：江西赣锋锂业集团股份有限公司、宜春银锂新能源有限责任公司、江西永兴特钢新能源科技有限公司、志存锂业集团有限公司、阅美测量系统(中国)有限公司、天齐锂业(射洪)有限公司、雅化锂业(雅安)有限公司、江苏容汇通用锂业股份有限公司、江西春鹏锂业有限责任公司、山东瑞福锂业有限公司、江西九岭锂业股份有限公司、盛新锂能集团股份有限公司、唐山鑫丰锂业有限公司、宁都县赣锋锂业有限公司。

本文件主要起草人：李强、欧阳涛、周家红、彭文修、邓红云、吴进方、刘珊珊、姚丽、杨磊、伍学锋、宋姣姣、戴小勇、王磊、肖长春、闻广学、康如金、徐小江、蔡建信、董兴旺、廖家敏、何兰、王玉娇、陈燕青、彭尧。



碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中 磁性异物金属颗粒的测定 洁净度仪测试法

1 范围

本文件描述了用洁净度仪测试碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中磁性异物金属颗粒含量的方法。

本文件适用于碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂中磁性异物金属颗粒含量的测定,测定范围:10 颗/kg~500 颗/kg。

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,仅该注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 6682 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 25915.1—2021 洁净室及相关受控环境 第1部分:按粒子浓度划分空气洁净度等级

GB/T 41481—2022 道路车辆 零部件和系统的清洁度

3 术语与定义

GB/T 41481—2022 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

颗粒标块 **particle standard**

带有已知形状和尺寸,用于检测和校正光学分析系统的标准颗粒。

4 原理



在洁净室中将试料分散于除磁水中,通过套有热缩套管的磁棒吸附富集试料中的可磁化磁性异物金属颗粒,将磁棒从热缩套管中分离后,将套管上的可磁化磁性异物金属颗粒通过滤膜进行收集,于洁净度仪上采用非近似算法扫描并分析滤膜上的颗粒,通过分析平行和十字排列状态下扫描获得的两张图像后,自动识别金属、非金属和纤维,从而测定可磁化磁性异物金属颗粒含量。

5 试验条件

试验应在洁净度符合 GB/T 25915.1—2021 中 ISO 8 级要求的洁净房间中进行。

6 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯及以上的试剂。

- 6.1 除磁水:GB/T 6682,一级,用磁棒[磁感应强度不小于 1.2T(12 000 Gs)]吸附 5 min。
- 6.2 盐酸(1+1)。
- 6.3 陶瓷剪刀(或陶瓷小刀)。
- 6.4 塑料搅拌桶:容积 10 L,(直径×高度)246 mm×325 mm。
- 6.5 热缩套管:直径 25 mm,壁厚 0.31 mm,宽 41 mm。
- 6.6 封口膜:PE 断点式保鲜膜 20 cm×10 cm。
- 6.7 滤膜(水系):孔径 5 μm、直径 47 mm。
- 6.8 载物片:尺寸 70 mm×70 mm,可视面积 55 mm×55 mm。
- 6.9 磁棒[磁感应强度不小于 0.6 T(6 000 Gs)]:(直径×长度)24 mm×240 mm,磁间距 20 mm。
- 6.10 磁棒[磁感应强度不小于 1.2 T(12 000 Gs)]:(直径×长度)24 mm×240 mm,磁间距 20 mm。
- 6.11 磁块[磁感应强度不小于 0.6 T(6 000 Gs)]。
- 6.12 颗粒标块 A:颗粒长度分别为 3 000 μm、620 μm、420 μm、220 μm、170 μm、120 μm、70 μm。
- 6.13 颗粒标块 B:颗粒长度分别为 7 μm、10 μm、18 μm、28 μm。

7 仪器设备

- 7.1 对辊机。
- 7.2 循环水式真空泵。
- 7.3 微孔滤膜过滤器(2 000 mL)。
- 7.4 烘箱。
- 7.5 超声波清洗器。
- 7.6 天平:感量为 0.01 g。
- 7.7 热封机。
- 7.8 洁净度测试仪:应符合 GB/T 41481—2022 中 9.2.3 的规定。

8 样品

样品应保持干燥,不结块,储存于干燥器中。

9 试验步骤

9.1 试料

称取 1.0 kg 样品(第 8 章),精确至 0.01 g。

9.2 空白试验

随同试料做空白试验。

9.3 测定

- 9.3.1 测试准备:取出一张橡胶垫铺于工作台上,将磁棒(6.10)置于橡胶垫上滚动吸附磁性物质。

- 9.3.2 塑封磁棒:取一支热缩套管(6.5),在热封机(7.7)上封口,装除磁水(6.1)确认封口不漏水后套在磁棒(6.9)上,再对另一端进行封口。封好的磁棒放在干净的橡胶垫上。
- 9.3.3 加样:取一个洁净塑料搅拌桶(6.4),向桶内加入(6.0±0.2)L除磁水(6.1)。缓慢将试料(9.1)加入桶中,再将密封好的塑封磁棒(9.3.2)轻放入桶内,密封塑料桶。
- 9.3.4 提取:将密封好的塑料搅拌桶(9.3.3)放入对辊机(7.1)中,以转速(以桶计)(60±5) r/min 提取 15 min。
- 9.3.5 漂洗:取出提取后的塑封磁棒(9.3.4),另取一个洁净塑料搅拌桶(6.4),向桶内加入(6.0±0.2)L除磁水(6.1),再将塑封磁棒(9.3.4)轻放入桶内,密封塑料桶,将密封好的塑料桶放入对辊机(7.1)中,以转速(以桶计)(60±5) r/min 漂洗 15 min。
- 9.3.6 收集:取出漂洗后的塑封磁棒(9.3.5),将其放入干净的 500 mL 烧杯内;用陶瓷剪刀(6.3)剪开热缩套管的一端,开口处两端剪开,弯下热缩套管,拔出磁棒,取下热缩套管,用除磁水(6.1)将热缩套管的磁性颗粒全部冲洗到烧杯中,在烧杯底外部用磁块(6.11)将磁性颗粒吸附、聚集,倾倒入水溶液,反复清洗 5 次,磁性颗粒保留于烧杯中。
- 9.3.7 酸洗:向装有磁性颗粒的烧杯中倒入(15±2)mL 盐酸(6.2),再用封口膜(6.6)封住烧杯口,并在边缘缠上胶带,放入超声波清洗器(7.5)中超声 2 min(功率 200 W,频率 53 kHz)。
- 9.3.8 水洗:超声完成后,取出烧杯,往烧杯加入 50 mL 除磁水(6.1),并在烧杯底外部用磁块(6.11)将磁性颗粒吸附、聚集,再将溶液倒入废液桶内,向烧杯中注入(50±10) mL 除磁水(6.1)清洗磁性颗粒,重复清洗 5 次。最后在烧杯中加入(10±2)mL 除磁水(6.1),待抽滤。
- 9.3.9 抽滤:将烧杯内的水和磁性颗粒倒入微孔滤膜过滤器(7.3)中,并用洗瓶冲洗烧杯壁,打开循环水式真空泵(7.2)进行抽滤。
- 9.3.10 烘干:取下抽滤后的滤膜(6.7),将该滤膜(6.7)放于洁净的培养皿中,再将培养皿放入(50±5)℃烘箱(7.4)内,干燥(10±2)min。
- 9.3.11 开启洁净度测试仪(7.8)。
- 9.3.12 仪器校准:将颗粒标块 A(6.12)放到显微镜下,调节显微镜倍率至(2.3±0.2)μm/像素;调节对焦旋钮,将 FOC 数值调至最大,亮度应控制在(55±5)%以内,对颗粒标块 A(6.12)进行校准。当客户对 5 μm~25 μm 等级颗粒有要求时,应对颗粒标块 B(6.13)进行校准。
- 9.3.13 滤膜的测量:将滤膜放入托架或专用载物片(6.8),按照颗粒标块测量步骤进行测试。扫描分析完成后对结果进行核对,有堆叠颗粒可在软件里手动切分;未被完整识别的大颗粒可在软件里手动关联;无关颗粒可在软件里手动删除,记录磁性金属颗粒总数。

注:保存分析数据以及完整的滤膜图像,备查。

10 试验数据处理

磁性异物金属颗粒含量以单位质量的磁性金属颗粒数量(n)表示,按式(1)计算:

$$n = \frac{0.5 \times N_1 + N_2 - N_0}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

n ——样品中的磁性异物金属颗粒的含量,单位为颗每千克(颗/kg);

N_1 ——颗粒尺寸在 25 μm~<100 μm 的磁性金属颗粒数量,单位为颗;

N_2 ——颗粒尺寸在不小于 100 μm 的磁性金属颗粒数量,单位为颗;

N_0 ——空白试验的数量,单位为颗;

m_0 ——试料的质量,单位为千克(kg)。

试验结果表示至整数位,数据修约按 GB/T 8170 的规定进行。

11 精密度

11.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),如表 1 所示,超过重复性限(r)情况不超过 5%。

表 1 重复性限

单位为颗每千克

n	33	51	74	112	176
r	19	36	50	79	80



11.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),如表 2 所示,超过再现性限(R)情况不超过 5%。

表 2 再现性限

单位为颗每千克

n	33	51	74	112	176
R	47	69	97	211	295

12 试验报告

试验报告应给出以下内容:

- 试验对象;
- 本文件编号;
- 分析结果及其表示;
- 与基本试验步骤的差异;
- 观察到的异常现象;
- 试验日期;
- 其他。

