

团 体 标 准

T/CNIA 0198—2023

湿法再生电池级氧化铅

Wet process regenerative battery grade lead oxide

2023-03-06 发布

2023-08-01 实施

中国有色金属工业协会
中国有色金属学会 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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本文件起草单位：安徽超威电源有限公司、北京化工大学、北京中再联盟技术服务有限公司、矿冶科技集团有限公司、东北大学、天津理工大学、生态环境部华南环境科学研究所、生态环境部固体废物与化学品管理技术中心、浙江天能电源材料有限公司、郑州金泉矿冶设备有限公司。

本文件主要起草人：潘志刚、潘军青、葛文、刘孝伟、代少振、谢锋、揭晓武、胡彪、檀笑、代中菊、孙艳芝、郑洋、娄可柏、衡振平、郑朝振、王伟、朱炳龙、王树宾、刘海兵、宋文龙。

湿法再生电池级氧化铅

1 范围

本文件规定了湿法再生电池级氧化铅的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、随行文件和订货单内容。

本文件适用于铅酸蓄电池生产过程中回收品及废铅酸蓄电池破碎分选后得到的废铅膏经湿法工艺制备的电池级氧化铅(以下简称氧化铅),主要应用于铅酸蓄电池的生产。

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 4103.1 铅及铅合金化学分析方法 第1部分:锡量的测定
 GB/T 4103.2 铅及铅合金化学分析方法 第2部分:锑量的测定
 GB/T 4103.3 铅及铅合金化学分析方法 第3部分:铜量的测定
 GB/T 4103.4 铅及铅合金化学分析方法 第4部分:铁量的测定
 GB/T 4103.5 铅及铅合金化学分析方法 第5部分:铋量的测定
 GB/T 4103.6 铅及铅合金化学分析方法 第6部分:砷量的测定
 GB/T 4103.10 铅及铅合金化学分析方法 第10部分:银量的测定
 GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
 GB/T 30904 无机化工产品 晶型结构分析 X射线衍射法
 JY/T 0568 电感耦合等离子体质谱分析方法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

废铅膏 waste lead paste

铅蓄电池生产、废铅蓄电池回收等过程分选出含 PbSO_4 、 PbO_2 、 PbO 和 Pb 的可塑性膏状混合物。

3.2

视密度 apparent density

氧化铅自然堆集的表观密度,是氧化铅颗粒组成、粗细和氧化程度的综合指标,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

3.3

吸水值 water absorption value

1000 g 氧化铅吸收水的体积,单位为毫升每千克(mL/kg)。

3.4

吸酸值 acid absorption value

氧化铅与浓度为 1.28 g/mL 硫酸溶液反应的程度,以与每克氧化铅反应的硫酸质量计,单位为毫克每克(mg/g)。

4 技术要求

4.1 化学成分

氧化铅的化学成分应符合表 1 的规定。

表 1 氧化铅的化学成分

化学成分	质量分数 %
PbO	≥99.95
α-PbO	≥95.0
β-PbO	余量
Fe	≤0.003
Ba	≤0.010
Bi	≤0.030
Sb	≤0.001
Sn	≤0.001
Cu	≤0.003
Ag	≤0.001
As	≤0.001
注 1: PbO 含量为 100%减去表中所列杂质元素含量的余量。 注 2: β-PbO 含量为 PbO 含量减去 α-PbO 含量的余量。 注 3: 需方如对氧化铅化学成分有特殊要求时,由供需双方商定。	

4.2 物理性能

氧化铅的视密度应为 1.10 g/cm³~1.25 g/cm³,吸水值应为 110 mL/kg~150 mL/kg,吸酸值应为 190 mg/g~200 mg/g。

4.3 外观质量

氧化铅应为浅红色粉末。

4.4 晶体结构

氧化铅包含四方型晶体(α-PbO)和正交型晶体(β-PbO)。

5 试验方法

5.1 化学成分

- 5.1.1 氧化铅中 α -PbO 含量的测定见附录 A。
- 5.1.2 氧化铅中铁含量的测定按照 GB/T 4103.4 的规定进行。
- 5.1.3 氧化铅中钡含量的测定按照 JY/T 0568 的规定进行。
- 5.1.4 氧化铅中铋含量的测定按照 GB/T 4103.5 的规定进行。
- 5.1.5 氧化铅中锑含量的测定按照 GB/T 4103.2 的规定进行。
- 5.1.6 氧化铅中锡含量的测定按照 GB/T 4103.1 的规定进行。
- 5.1.7 氧化铅中铜含量的测定按照 GB/T 4103.3 的规定进行。
- 5.1.8 氧化铅中银含量的测定按照 GB/T 4103.10 的规定进行。
- 5.1.9 氧化铅中砷含量的测定按照 GB/T 4103.6 的规定进行。

5.2 物理性能

氧化铅视密度、吸水值、吸酸值的测定方法见附录 A。

5.3 外观质量

氧化铅的外观质量用目视法检验。

5.4 晶体结构

氧化铅的晶体结构的测定按照 GB/T 30904 的规定进行。

6 检验规则

6.1 检查与验收

- 6.1.1 产品由供方质量监督部门或第三方进行检验,保证产品质量符合本文件及订货单的规定。
- 6.1.2 需方应对收到的产品按本文件的规定进行检验,如检验结果与本文件或订货单的规定不符时,应在收到产品之日起 30 天内向供方提出,由供需双方协商解决。如需仲裁,仲裁取样在需方由供需双方共同进行。

6.2 组批

氧化铅应成批提交检验,每批应由同一品级的产品组成。批重不大于 10 t。

6.3 检验项目

每批氧化铅应进行化学成分、物理性能、外观质量及晶体结构的检验。

6.4 取样和制样

- 6.4.1 从每批样品中随机抽取 10 个试样,每个试样重量不少于 50 g。
- 6.4.2 将试样在 115 °C~125 °C 烘箱里进行干燥 3 h,除去表面吸附的水分后取出。待试样冷却后,采用密封式样品研磨机进行粉碎,随后采用 0.088 mm 标准筛进行筛分,筛上部分再行粉碎,粉碎直至全量通过 0.088 mm 标准筛,密封备用。

6.5 检验结果的判定

6.5.1 检验结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约,并采用修约值比较法判定。

6.5.2 湿法再生电池级氧化铅化学成分、物理性能、外观质量、晶体结构分析结果与本文件不符时,按批判不合格。

7 标志、包装、运输、贮存、随行文件

7.1 标志

7.1.1 包装袋上应有牢固、清晰的标志。

7.1.2 标志注明生产厂名称、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、化学结构式、GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志等。

7.2 包装

内包装采用编织袋或塑料桶。外包装容器必须坚固不易破碎,防渗性能良好,每袋净含量 25 kg。需方有特殊要求时,由双方协商。

7.3 运输和贮存

7.3.1 在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

7.3.2 氧化铅在贮存过程中,防止雨淋、受潮、漏气。

7.4 随行文件

每批产品应附有随行文件,其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期外,还宜包括:

a) 产品质量保证书:

- 产品的主要性能及技术参数;
- 产品特点(包括制造工艺及原材料的特点);
- 对产品质量所负的责任;
- 产品获得的质量认证及技术监督部分检印的各项分析检验结果。

b) 产品合格证:

- 检验项目及其结果或检验结论;
- 批量或批号;
- 检验日期;
- 检验员签名或盖章。

c) 产品质量控制过程中的检验报告及成品检验报告。

d) 产品使用说明:正确搬运、使用、贮存方法等。

e) 其他。

8 订货单内容

产品的订货单内应包括下列内容:

- a) 产品名称和品级；
- b) 数量；
- c) 本文件编号；
- d) 其他。



附录 A

(规范性)

 α -PbO 含量、视密度、吸水值及吸酸值的测定和计算A.1 α -PbO 含量

α -PbO 含量采用 X 射线衍射分析法,测量条件如下:

- a) CuK α 辐射;
- b) 扫描方式: $\theta\sim 2\theta$;
- c) 扫描角度: $10^\circ\sim 80^\circ$;
- d) 步宽值: 0.002° ;
- e) 扫描速度: $2^\circ/\text{min}\sim 4^\circ/\text{min}$;
- f) 散射狭缝: 1° ;
- g) 接受狭缝: 0.3 mm ;
- h) 管压: 40 kV ;
- i) 管流: 30 mA 。

样品衍射谱图对照 JCPDF 标准卡片,其中符合 JCPDF 85-1739 号卡片的样品为 α -PbO,并在系统中计算得到含量。

A.2 视密度

氧化铅视密度采用斯科特松装密度计测定:将氧化铅过 0.25 mm 筛网,被筛下的氧化铅以自由落体形式注入到质量为 W_0 ,体积为 V_0 的容器中,当落入容器的氧化铅高出容器高度时停止,刮平容器表面,同时保持容器外部无氧化铅沾染,此时称量容器总质量 W_1 ,增加的氧化铅净质量 $W_1 - W_0$,氧化铅视密度为净质量与总体积之比,按公式(A.1)计算。

$$d = \frac{W_1 - W_0}{V_0} \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

d ——视密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

W_1 ——装满铅粉后总质量,单位为克(g);

W_0 ——容器质量,单位为克(g);

V_0 ——容器体积,单位为立方厘米(cm^3)。

A.3 吸水值

用天平准确称取质量为 m 的氧化铅,并置于 250 mL 的烧杯中,用去离子水缓慢滴入烧杯中并用玻璃棒不断搅拌,当烧杯中的氧化铅全部润湿并成团,同时没有多余的水渗出,此时为终点,记录此时所消耗的水的体积 V_1 。氧化铅吸水值按公式(A.2)计算。

$$W = \frac{1000V_1}{m} \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

W ——吸水值,单位为毫升每千克(mL/kg);

V_1 ——消耗水的体积,单位为毫升(mL);

m ——氧化铅的质量,单位为克(g)。

A.4 吸酸值

用移液管准确吸取经过标定的浓度为 1.28 g/mL 的硫酸溶液 200 mL,置于 500 mL 烧杯中,准确称取 20.0 g 氧化铅加入烧杯中,充分震荡搅拌后,在 25 °C 恒温下过滤该混合液,得到清液,利用浓度为 0.5 mol/L 的氢氧化钠液来滴定清液中硫酸的含量,记录消耗氢氧化钠体积 V_2 。氧化铅的吸酸值按公式(A.3)计算。

$$A = \frac{97280 - 24.5V_2}{20.0} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

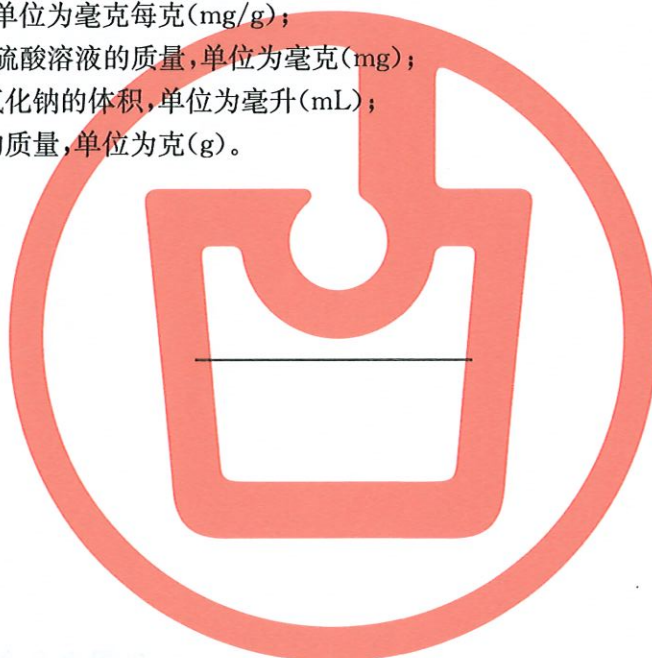
式中:

A ——吸酸值,单位为毫克每克(mg/g);

97280——200 mL 硫酸溶液的质量,单位为毫克(mg);

V_2 ——消耗氢氧化钠的体积,单位为毫升(mL);

20.0 ——氧化铅的质量,单位为克(g)。



中国有色金属工业协会
中国有色金属学会
团体标准
湿法再生电池级氧化铅
T/CNIA 0198—2023

*

冶金工业出版社出版发行
北京市东城区嵩祝院北巷39号
邮政编码:100009
北京捷迅佳彩印刷有限公司印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 20 千字
2023 年 7 月第一版 2023 年 7 月第一次印刷

*

统一书号:155024·4061 定价:60.00 元

155024·4061

