

ICS XX.XXX

CCS X XX

# 团 体 标 准

T/CIECCPA XXX—2023

## 废旧锂电池再生利用 湿法精制提锂 工艺规程

（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”

2023—XX—XX 发布

2023—XX—XX 实施

中国工业节能与清洁生产协会 发布



## 目 次

前 言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语与定义.....	2
4 湿法精制提锂系统及工艺流程.....	2
5 技术要求及检测.....	5
6 环境保护和安全要求.....	5

## 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。

本文件由中国工业节能与清洁生产协会提出并归口。

本文件起草单位：安徽超越环保科技股份有限公司、安徽绿能技术研究院有限公司、安徽绿沃循环能源科技有限公司、安徽南都华铂新材料科技有限公司、合肥国轩高科动力能源有限公司、安徽巡鹰动力能源科技有限公司。

本文件主要起草人：杨志兵、蒋龙进、葛平平、胡天文、陶权宏、温松英、魏健、褚兵、夏冬青、吴国庆、王德钊。

# 废旧锂电池再生利用 湿法精制提锂工艺规程

## 1 范围

本文件规定了废旧磷酸铁锂电池回收再生利用的信息管理和贮存运输、原辅料和设备、湿法回收工艺、再生利用产品要求与处置以及环境保护和安全要求。

本文件适用于湿法回收废旧磷酸铁锂电池锂元素的提取。

## 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 5085.7 危险废物鉴别标准 通则

GB 8978 污水综合排放标准

GB/T 11064 碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法

GB/T 11075 碳酸锂

GB 16297 大气污染物综合排放标准

GB 18599 一般工业固体废物贮存、处置场污染控制标准

GB/T 33059 锂离子电池材料废弃物回收利用的处理方法

GB/T 33598 车用动力电池回收利用 拆解规范

GB/T 34695 废弃电池化学品处理处置术语

GB/T 39224 废旧电池回收技术规范

HJ 1186 废锂离子动力蓄电池处理污染控制技术规范（试行）

HJ 2025 危险废物收集、贮存、运输技术规范

HG/T 5019 废电池中镍钴回收方法

HG/T 5815 废电池化学放电技术规范

HG/T 5816 废电池回收热解技术规范

YS/T 1174 废旧电池破碎分选回收技术规范

YS/T 582 电池级碳酸锂

### 3 术语与定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1 湿法回收

以再生利用为目的，各种酸性溶液为媒介，将目标元素以外的金属离子从溶液中分离，回收目标元素的过程。

#### 3.2 废旧电池

失去使用价值或被废弃的电池成品和半成品或残次品，包括在电池生产、运输、贮存、使用过程中产生的不合格产品、报废产品、过期产品。

#### 3.3 电池级碳酸锂

碳酸锂在产品中所占比例不小于 99.5%。

### 4 湿法精制提锂系统及工艺流程

#### 4.1 基本原则

在废旧锂电池循环利用过程中应符合以下方面要求：

- a) 全面考虑利用各阶段对环境的影响，采取减缓负面环境影响的措施；
- b) 高效利用并节约使用能源、资源；
- c) 采用国家鼓励的先进技术和工艺，不应使用国家或有关部门发布的淘汰或禁止的技术、工艺、装备及相关物质；
- d) 使用环境性能优良的辅助材料；
- e) 加强废物管理，优先使用源削减技术，提高废物的循环利用与资源化利用效率；
- f) 废旧锂电池循环利用过程中应遵循 HJ 1186 的要求；
- g) 鼓励将再生原料和再生材料重新用于电池生产过程。

#### 4.2 前处理

##### 4.2.1 方法提要

在安全情况下，对废旧磷酸铁锂电池进行安全放电、拆分、热解、机械破碎，分选得到粉末状含锂废料。

## 4.2.2 工艺流程

前处理工艺流程如图1所示。废旧锂电池的前处理可参考GB/T 33059、HG/T 5019执行。

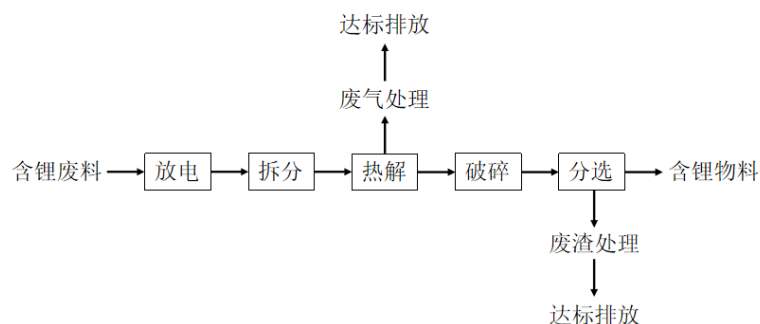


图1 前处理工艺流程图

## 4.2.3 主要设备

高温热解炉、拆解破碎机或球磨机、分选机等。

## 4.2.4 控制条件

工艺控制参数如下：

- a) 电池电压：≤1V；
- b) 热解温度：450°C~600°C；
- c) 收集的含锂废料粒度：≤1mm。

## 4.3 处理方法

### 4.3.1 生产碳酸锂

#### 4.3.1.1 方法提要

含锂物料加入浸出溶剂进行浸出，过滤分离得到含锂溶液，加入净化剂进行反应后，过滤，浓缩，在一定的反应条件下，加入沉淀剂充分反应后结晶沉淀，经过滤、洗涤、干燥后得到电池级碳酸锂。

#### 4.3.1.2 工艺流程

将前处理后的粉末状含锂物料置于反应设备中，在搅拌下加入浸出溶剂，充分反应，过滤得到含锂溶液，通过控制溶液pH和温度，加入净化剂进行反应后，过滤得到富含锂溶液，再加入一定浓度碳酸钠溶液充分反应后结晶沉淀，经过滤、洗涤、干燥得到碳酸锂产品，工艺流程如图2所示。

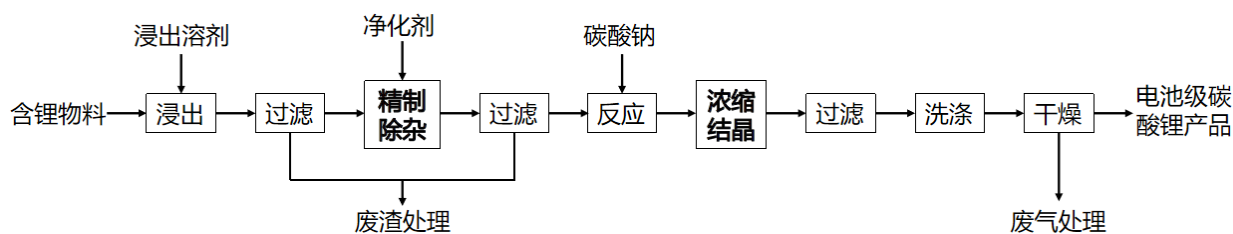


图2 湿法回收工艺流程图

#### 4.3.1.3 主要设备

反应釜、加热设备、蒸发设备、冷却槽、过滤设备、纯水设备、通风设备、干燥设备、粉碎设备及包装设备等。

#### 4.3.1.4 相关试剂

硫酸、过氧化氢、氢氧化钠、氯酸钠、碳酸钠、纯水。

#### 4.3.1.5 控制条件

##### 4.3.1.5.1 浸出

工艺控制参数如下：

- a) 反应温度：70°C~90°C；
- b) 反应时间：1.0h~2.0h；
- c) 反应固液比：1：3~1：8；
- d) pH：0.5~2.0；
- e) 过氧化氢加入量：1t含锂物料加30%过氧化氢50kg~200kg。

##### 4.3.1.5.2 净化

工艺控制参数如下：

- a) pH：9.0~11.0；
- b) 反应温度：常温。

##### 4.3.1.5.3 分离

工艺控制参数如下：



a) 分离温度：30°C~90°C；

b) pH：3.5~5.0。

#### 4.3.1.5.4 结晶

工艺控制参数如下：

a) 反应温度：75°C~90°C；

b) 反应时间：1~4h；

c) pH：11.0~13.0；

d) 饱和碳酸钠加入量：添加量的110%。

#### 4.3.1.5.5 洗涤

工艺控制参数如下：

a) 洗涤固液比：1：2~1：8；

b) 洗涤温度：60°C~90°C；

c) 洗涤次数：2次~3次。

#### 4.3.1.5.6 干燥

工艺控制参数如下：

a) 干燥温度：60°C~90°C；

b) 干燥时间：≥5h。

### 5 技术要求及检测

5.1 锂的浸出率应不小于99%，锂浸出率的计算方法参见附录A的A.1。

5.2 锂的回收率应不低于70%，锂回收率的计算方法参见A.2。

5.3 锂含量的测定方法参见GB/T 11064。

5.4 制得的碳酸锂产品应符合GB/T 11075和YS/T 582-2013要求。

### 6 环境保护和安全要求

#### 6.1 废渣

在处理处置过程中产生的废渣，应按GB 5085.7的规定进行鉴别，并符合下列规定：

a) 经鉴别属于危险废物，应根据自身条件进行深度无害化处理，或交由有资质的专业危险废物处理机构进行处理；

b) 经鉴别属于一般固体废物，应按GB 18599的要求进行处理。

## 6.2 废水

在处理处置过程中产生的废水，应经综合处理后，达到循环使用要求的送至生产工艺中，不能达到循环使用要求的，进行无害化处理处置，排放应符合GB 8978的要求。

## 6.3 废气

在处理处置过程中产生的废气，经尾气净化装置处理后，排放应符合GB 16297的要求。

## 6.4 安全要求

作业区域应配备安全通道、通风管道、排气和吸尘装置、固体废物收集和贮存装置、风险事故池/罐等，含锂废料回收利用过程的安全要求宜参照 GB/T 33598、HG/T 5815、HG/T 5816的规定执行。

附录 A  
(资料性附录)  
锂的浸出率、回收率计算方法

### A.1 锂浸出率的计算

锂的浸出率以  $\gamma$  计，按公式 (A.1) 计算：

$$\gamma = \frac{\rho_1 V_1}{m} \times 100\% \quad (\text{A.1})$$

式中：

$\rho_1$ ——1t 含锂废料经浸出处理后浸出液中锂的质量浓度的数值，单位为克每升 (g/L)；

$V_1$ ——1t 含锂废料经浸出处理后浸出液的体积的数值，单位为升 (L)；

$m$ ——1t 含锂废料中锂 (Li) 的质量的数值，单位为克 (g)。

### A.2 富锂溶液中锂回收率的计算

富锂溶液中锂的回收率以  $\varepsilon$  计，按公式 (A.2) 计算：

$$\varepsilon = \frac{\rho_2 V_2}{m} \times 100\% \quad (\text{A.2})$$

式中：

$\rho_2$ ——1t 含锂废料湿法回收后得到的富锂溶液中含锂 (Li) 的质量浓度的数值，单位为克每升 (g/L)；

$V_2$ ——1t 含锂废料湿法回收后得到的富锂溶液的体积的数值，单位为升 (L)；

$m$ ——1t 含锂废料中锂 (Li) 的质量的数值，单位为克 (g)。

参考文献

- [1] GB/T 39224 废旧电池回收技术规范
  - [2] GB/T 38103 含锂废料处理处置方法
  - [3] HG/T 5812 含锂废料回收利用方法
  - [4] HG/T 5815 废电池化学放电技术规范
  - [5] HG/T 5816 废电池回收热解技术规范
  - [6] TATCRR 02 废旧锂离子电池中锂的湿法回收技术规范
-