공고번호 국가기술표준원 제2022-XXX호

우수재활용제품(GR)
품질인증기준(안)

제 품 명 리튬이온전지 양극활물질용 NCM 복합 황산염 수용액
기준번호 GR C 1002-2022
제정년월 2022년 00월 00일

국가기술표준원

리튬이온전지 양극활물질용 NCM 복합 황산염 수용액 품질인증기준(안)

Ⅰ. 대상범위

GR 품질인증기준(GR C 1002, 리튬이온전지 양극활물질용 NCM 복합 황산염 수용액)은 GR 제품의 인증을 위하여 「우수 재활용제품(GR)인증 인증요령」 제2조 4호에 따라 정한 인증기준이다.

Ⅱ. 현장심사기준

“현장심사”라 함은 신청제품을 제조하는 국내의 제조공장 또는 사업장(하청 및 재활용원자재 납품공장을 포함한다) 또는 신청제품이 설치된 장소 등에서 ‘품질관리심사’와 ‘기술심사’를 실시하는 것을 말한다.

가. **(품질관리심사)** 생산시설, 품질관리 이력, 품질 및 환경관리 설비, 품질보증시스템 등을 점검하여 동일한 신청제품을 지속적으로 제조할 수 있는지의 여부를 <붙임 1>의 품질관리심사 항목에 따라 심사하는 것을 말한다.

나. **(기술심사)** 서류・면접심사 결과, 재활용률 준수 여부, 인증 제외사항 및 위반사항 등을 <붙임 2>의 기술심사 항목에 따라 심사하는 것을 말한다.

Ⅲ. 제품표준

제품표준은 제품의 품질·성능 및 시험방법, 표시 방법, 제품의 인증 구분(종류・등급 또는 명칭) 등을 적용하기 위해 정한 제품의 품질표준을 말한다.

우수재활용제품(GR)
현장심사기준(안)

제 품 명　리튬이온전지 양극활물질용 NCM 복합 황산염 수용액
기준번호　GR C 1002-2022

국가기술표준원

【붙임 1】 품질관리심사 항목

1. 품질 및 환경경영

심 사 항 목	심 사 기 준
1.1 사내표준화 및 품질경영의 추진	○ 경영책임자는 표준화 및 품질경영에 대한 중요성을 인식하고, 이에 대한 경영방침을 수립하여 추진하는 등의 리더십을 발휘하여야 한다. ○ 경영간부는 위 경영방침에 따라 연도별·부서별 사업계획을 수립하여 적정하게 추진하여야 한다. ○ 사내표준은 우수재활용제품(GR) 인증요령을 기반으로 수립하여야 하고, 품질경영의 추진계획은 해당 우수재활용제품(GR)의 품질인증기준 요구수준 이상으로 보증할 수 있도록 입안되어야 하며, 회사 규모에 따라 적합하게 수립되어 회사 전체 차원에서 적용되어야 한다.
1.2 사내표준화와 품질경영의 도입 및 확산을 위한 활동	○ 품질경영을 위한 표준화와 품질경영 도입 및 확산에 노력하고 있고, 사내표준화와 품질경영 체제 전반에 대한 자체점검을 1년 이내의 주기로 실시하고 있으며, 그 결과를 경영에 반영하고 있어야 한다.
1.3 표준화 및 품질경영에 관한 교육훈련의 실시	○ 교육훈련계획에 따라 경영책임자가 품질경영에 관한 교육·훈련을 실시하고, 종사자는 외부 교육기관에서의 품질관련 교육훈련 실적이 있어야 한다.

심 사 항 목	심 사 기 준
1.4 품질관리 담당자 및 전문인력 확보	○ 업종과 규모에 적합하고, 품질목표를 달성할 수 있도록 자격 있는 품질관리담당자와 전문인력을 확보하고 있어야 한다. ○ 품질관리 담당자는 다음의 직무를 수행하여야 한다. - 사내표준화와 품질경영에 대한 계획의 입안 및 추진 - 사내표준의 제정·개정 등에 대한 총괄 - 제품 및 가공품의 품질수준 평가 - 각 공정별 사내표준화 및 품질관리의 실시에 관한 지도·조언 및 부문 간의 조정 - 공정에서 발생하는 문제점 해결과 조치, 개선대책에 관한 지도 및 조언 - 직원에 대한 사내표준화 및 품질경영에 관한 교육훈련 추진 - 외주 또는 2차 밴더 업체에 대한 관리에 관한 지도 및 조언 - 불합격품 또는 부적합 사항에 대한 조치 - 해당 제품의 품질검사 업무 관장
1.5 불만처리 및 경로 추적	○ 소비자의 불만을 처리하는 내부규정에 따라 시장정보와 불만사례 등의 경로를 추적하여 원인을 분석하고 개선조치를 하고 있어야 한다.
1.6 작업환경 및 안전 시설 등의 관리상태	○ 청정한 작업환경(청소, 정리, 정돈 등)을 조성하기 위한 활동이 회사 전체적으로 실행되고 지속적으로 관리되고 있어야 한다. ○ 작업능률의 향상과 직원의 안전 및 복지를 고려한 작업환경이 갖추어져 있어야 한다.

2. 자재의 관리

심 사 항 목	심 사 기 준
2.1 자재 관리의 일반 사항	○ 제품표준에 따른 주요 자재명 및 자재별 검사항목을 사내표준에 규정해야 한다. ○ 자재의 품질기준은 생산제품의 품질이 제품 표준 수준 이상으로 보증될 수 있도록 규정 해야 한다. ○ 또한, 자재의 검사방법은 제품의 품질이 제품 표준 수준 이상으로 보증될 수 있도록 제품 표준에 규정된 적절한 품질관리기법을 활용하여 규정해야 한다. ○ 사내표준에 따라 자재를 인수할 때에는 품질 검사(이하 이 표에서 “인수검사”라 한다) 및 자재관리를 해야 한다. ○ 재료가 변경될 경우 또는 품질의 변동이 있다고 판단될 경우 인수검사를 하여 재설정하여야 한다.

비고

1. 자재는 GR 인증제품을 우선적으로 사용해야 하고, 양질의 자재라고 인정될 때에는 자재를 공급하는 업체의 시험성적서, 외부공인 시험기관의 시험성적서, 부품을 자체 제조하는 경우에는 공정관리 등으로 인수검사를 갈음할 수 있다.

2. 인증을 받은 기업은 제품의 종류, 공정의 특수성 및 제조기술의 개발에 따라 자재를 대체 또는 생략하거나 검사항목을 늘리거나 줄일 수 있으며, 이러한 경우 변경사항을 인증기관에 제출하여 승인을 받아야 한다. 변경사항을 인증기관에 제출하지 않고 자재를 대체하거나 생략한 경우, 인증기관은 해당 제품이 GR 품질인증 기준에 현저히 맞지 않은 것으로 간주하여 인증을 취소할 수 있다.

심 사 항 목	심 사 기 준
2.2 재활용 자재관리의 적합성	○ 원자재 안정적 수급을 위한 자체 생산시설의 보유 또는 폐전지 스크랩 분말 등의 원자재를 공급받는 거래처의 증빙서류가 있어야 한다. ○ 원자재 수급에 대한 내용을 기록하고 관리하여야 한다. ○ 원자재는 입고날짜별, 수집장별로 보관하며 식별표시를 하여야 한다. ○ 출처별, 종류별 원자재에 대한 식별표시를 하여야 하며 다른 형태의 유해한 이물질이 혼입되지 않도록 하여야 한다. ○ 눈, 비에 노출되지 않도록 실내에 보관하여야 하며 운반시 눈, 비등 습기에 접촉되지 않도록 필요한 조치를 취하여야 한다.

3. 공정 관리

심 사 항 목	심 사 기 준
3.1 사내표준의 준수 상태와 작업표준 이해의 적합성	○ 제품표준에 따른 주요 공정명 및 공정별 검사 또는 관리항목, 주요 제조설비명을 사내표준에 구체적으로 규정해야 한다. ○ 제품의 품질이 제품표준 수준 이상으로 보증될 수 있도록 제품표준에 규정된 적절한 관리기법을 적용하여 중간검사 또는 공정관리 방법을 규정해야 한다. ○ 공정관리자가 사내표준에 따라 중간검사·관리를 하여 그 결과를 기록·활용할 수 있어야 한다. ○ 각 공정에 대하여 사용설비, 작업방법, 작업상의 유의사항 등을 규정하고 이에 따라 작업을 실시해야 한다.

비고

1. 공정에 대해서는 외주가공을 허용하되, 외주가공을 하려는 자는 그 공정에 대한 관리규정을 정하여 제품의 품질이 제품표준 수준 이상으로 보증되도록 관리해야 한다. 필요한 경우 인증기관은 현장 심사 시 외주가공 업체에 대한 현장 확인을 실시할 수 있다.
2. 해당 제품을 생산하기에 적합한 제조설비를 보유하고, 설비의 성능을 유지하기 위한 점검, 보수, 윤활관리 등의 관리규정을 구체적으로 정하여 이에 따라 실시해야 한다. 다만, 공정관리에서 외주가공이 허용된 경우에는 제조설비를 보유하지 않아도 된다.
3. 지정된 설비관리자가 설비관리규정에 따라 관리할 수 있어야 한다.

심 사 항 목	심 사 기 준
3.2 제조설비의 품질인증 기준 부합화와 일상 점검 관리의 적합성	○ 제조설비의 관리대장을 현장에 비치하고 점검 및 기록 관리를 하여야 한다. ○ 현장배합표와 실제 생산배합의 동일성을 파악하고 공정별 작동상태의 모니터링을 실시하여야 한다.
3.3 제조시설 능력 및 설비기준의 적합성	○ 폐전지 스크랩 분말 등을 사용하여 제품표준의 품질에 부합하는 리튬이온전지 양극활물질용 NCM 복합 황산염 수용액을 생산할 수 있는 능력을 갖추어야 한다.

4. 제품의 품질 관리

심 사 항 목	심 사 기 준
4.1 검사방법의 제품표준 부합화 및 사내 규정의 적합성	○ 제품의 검사항목 및 품질기준을 구체적으로 사내표준에 규정해야 하고, 제품의 품질기준은 제품표준에서 정한 품질검사 항목을 포함하여 그 수준 이상이어야 한다. ○ 제품의 검사방법은 제품의 품질이 제품표준 수준 이상으로 보증될 수 있도록 제품표준에 규정된 적절한 검사방법을 적용해야 한다. ○ 소비자가 우수재활용제품(GR)임을 인식할 수 있도록 인증마크, 제품명, 인증기관, 인증번호, 인증기간 등 납품서 등에 내용을 명확히 기록하여야 한다.
4.2 제품검사 실시여부 및 검사기록 활용의 적합성	○ 제품의 품질에 대한 사내 표준에 따라 검사를 실시하고 그 기록을 공정 개선 및 제품의 품질 향상에 활용해야 한다. ○ 제품시험 검사자가 제품표준 및 사내표준에 따라 시험검사를 할 수 있어야 한다.
4.3 검사자의 관련규정 준수 및 시험결과의 적합성	○ 시험 및 검사 담당자는 제품표준에서 요구하는 관련규정을 충분히 이해하고 시험기구의 조작 및 수행의 숙련상태가 확보되어야 한다. ○ 시험결과에 대한 합리적 기록상태가 유지되어야 한다.

심 사 항 목	심 사 기 준
4.4 시험결과의 신뢰성 향상 및 시험환경의 적절성	○ 시험실은 시험결과의 일관된 신뢰성을 유지하기 위하여 시험조건과 주위환경에 적합하도록 설계되어야 하며 시험수행자의 안전성을 고려하여야 한다.

비고

1. 중간검사와 중복되는 제품검사 항목은 중간검사로 갈음할 수 있다.
2. 심사원은 제품 시험검사자의 시험 수행능력을 확인하기 위해 제품의 주요 검사 항목에 대한 현장 입회시험을 실시할 수 있다.

5. 검사설비의 관리

심 사 항 목	심 사 기 준
5.1 시험검사 설비의 관리 규정 설정 및 실시의 적합성	○ 제품표준에 필요한 설비에 대하여 구체적인 내용이 사내표준에 규정되어 있어야 한다. (점검항목, 점검주기, 점검방법, 점검기준 등) ○ 시험·검사자는 관련 교육 이수 및 자격증을 보유하여야 하며 시험관리 기록이 유지되어야 한다.
5.2 교정 검사주기 및 자체 유지관리 기록 준수의 적합성	○ 교정을 실시하되 사용빈도와 측정기의 특성 등을 고려하여 회사의 실정에 맞는 시험·검사 설비의 관리규정을 정하고 이에 따라 실시하여야 한다. ○ 교정은 외부 공인기관에 의뢰하여 실시하여야 하며 그 기록을 관리하고 해당 검사장비에 교정식별표시를 부착하여야 한다.
5.3 제품표준에 부합되는 검사설비의 보유 및 관리의 적합성	○ 제품표준에서 요구하는 품질의 특성과 자재 및 제품을 검사하기 위하여 필요한 시험·검사설비를 보유하고 설비의 정밀도·정확도를 유지하여야 한다. ○ 정밀도와 정확도를 확인하기 위하여 시험·검사설비의 설치장소가 적정하고, 시험·검사 설비의 사용 상황을 체계적으로 관리하고 있어야 하며, 시험·검사설비 관리자는 시험·검사설비의 관리규정에 따라 관리할 수 있어야 한다. ○ 우수재활용제품(GR)으로 품질의 정확성, 정밀성을 확보하기 위하여 특수시험설비를 보유할 경우 숙련된 시험·검사자가 능숙하게 시험장비를 조작하고 운용할 수 있어야 한다.

- 주요 시험설비	1. 니켈, 코발트, 망가니즈 함량 시험설비 2. 불순물 측정 시험설비

비 고

1. 주요 시험설비 중, 1.~2.의 시험설비는 자체 보유하여야 한다.
2. 단, 제품이 제품표준 수준 이상으로 관리될 수 있도록 일정한 주기를 정하여 외부설비를 사용하거나 외부공인 시험기관의 시험성적서로 품질관리를 대신하는 경우 그 시험항목에 대한 시험·검사설비를 갖추지 않아도 된다. 만약 공인시험기관을 제외한 외부설비를 사용한 경우, 현장심사 시 외부설비 업체에 대한 현장 확인을 실시할 수 있다.
3. 또한, 규정된 장비를 모두 갖추었다고 하더라도 장비를 제대로 활용하지 못하여 시험·검사를 전혀 실시하지 않았을 경우, 해당 시험장비는 미보유로 간주될 수 있다.

6. 기타(가산점)

심 사 항 목	심 사 기 준
6.1 우수재활용제품(GR) 품질수준 향상에 대한 의지	○ 품질관리담당자 교육을 참여하여 수료한 경우 가산점이 부여된다. ○ 기타 국가기술표준원, 자원순환산업인증원에서 실시하는 각종 행사 및 교육 프로그램을 참여·이수하는 경우 가산점이 부여된다.

【붙임 2】 기술심사 항목

1. 재활용률 준수 여부

● 제품표준에서 정한 재활용률을 준수하지 못할 시, “부적합(신규 및 연장심사)” 또는 “인증취소(사후관리)” 사유가 발생됨

- 재활용 원자재는 국내에서 발생한 것이어야 하며, 수입산의 경우 재활용 원자재를 사용하지 않은 것으로 간주함
- 인증기간동안 생산된 모든 인증제품은 재활용 원자재의 최소 사용률을 만족하여야 함

2. 인증 제외사항

● 다음은 인증 대상에서 제외되는 사항으로 준수하지 않을 시, “부적합(신규 및 연장심사)” 또는 “인증취소(사후관리)” 사유가 발생됨

- 재활용 핵심기술의 소유권 여부 및 품질관리
  - · 생산방식이 임가공 형태인 경우, 핵심기술을 반드시 신청업체가 소유하고 있어야 하며 단순 임가공인 경우에는 인증의 대상에서 제외함
  - · 임가공 업체에 대한 지속적인 품질관리가 보장되어야 함

3. 위반사항 확인

● 우수재활용제품(GR) 인증요령 [별표 5] “인증 받은 자에 대한 처분기준(제24조 관련)의 2. 개별기준에 따른 위반 사항에 해당되는지 여부를 확인함

4. 제품심사 샘플링

● 시료채취 및 시험방법은 『리튬이온전지 양극활물질용 NCM 복합 황산염 수용액(GR C 1002)』』의 6 및 7 항에 따라 실시함

● 샘플의 시험성적은 『리튬이온전지 양극활물질용 NCM 복합 황산염 수용액(GR C 1002)』의 5 항에 따름

5. 수용액의 니켈, 코발트, 망가니즈 함량 확인방법

● 수용액은『리튬이온전지 양극활물질용 NCM 복합 황산염 수용액(GR C 1002)』의 1 항에 따라 리튬이온전지 스크랩 등으로부터 회수한 블랙 파우더를 제련 및 정련하여 생산한 니켈, 코발트, 망가니즈의 합이 8 % 이상의 함량을 갖는 복합 수용액이어야 함

- 원자재 입고 및 출고대장을 통하여 확인함(서류)
- 원자재 사용 현황을 모니터링하여 확인함(현장)
- 최종 제품의 시험성적서, 납품서 등을 확인함(서류)

우수재활용제품(GR)
제품표준(안)

제 품 명 리튬이온전지 양극활물질용 NCM 복합 황산염 수용액
기준번호 GR C 1002-2022

국가기술표준원

제 품 표 준(안) GR

리튬이온전지 양극활물질용 NCM(Ni-Co-Mn) 복합 황산염 수용액 C 1002 - 2022

A Sulfate Solution Mixed with Nickel-Cobalt-Manganese for use Cathode active materials in Lithium ion secondary batteries

1. 적용범위

이 제품표준은 니켈, 코발트, 망가니즈가 함유된 블랙 파우더(Black Powder)를 제련 및 정련하여 생산한 리튬이온전지 양극활물질용 NCM($Ni_xCo_yMn_z$) 복합 황산염 수용액(이하 “NCM 복합액”이라 한다.)에 대하여 적용한다.

2. 인용표준

다음의 인용표준은 이 제품표준의 적용을 위해 필수적이다. 발행년도가 표기된 인용표준은 인용된 판만을 적용한다. 발행연도가 표기되지 않은 인용표준은 최신판(모든 추록을 포함)을 적용한다.

KS L 2317 부피측정용 유리기구
KS M 0001 화학 분석 및 시험방법에 대한 통칙
KS M 0016 원자 흡수 분광 광도 분석 방법 통칙
KS M 0032 고주파 유도 결합 플라스마 방출 분광 분석 방법 통칙
KS M 7602 거름종이(화학분석용)

3. 용어와 정의

이 제품표준의 목적을 위하여 다음의 용어와 정의를 적용한다.

3.1 블랙 파우더(Black powder)

사용 후 리튬이온전지 스크랩, 양극활물질 스크랩 등을 파·분쇄하여 선별한 검은색의 분말로 니켈, 코발트, 망가니즈 등을 함유하는 분말

3.2 양극활물질(Cathode active material)

리튬이온전지의 양극재료로서, 리튬과 니켈, 코발트, 망가니즈 등의 금속이 결합된 형태의 물질

4. 재료 및 제조방법

4.1 재 료

NCM 복합액의 주 재료는 사용 후 리튬이온전지를 파·분쇄하여 회수한 분말, 양극활물질 또는 양극판 스크랩으로부터 회수한 분말, 리튬이온전지의 양극활물질 전구체 제조 공정에서 발생한 스크랩 분말로서 니켈, 코발트, 망가니즈를 함유하는 순환가능자원이다.

4.2 제조방법

4.2.1 NCM 복합액은 블랙 파우더로부터 황산을 침출제로 사용하는 환원침출공정에서 니켈, 코발트, 망가니즈 등의 금속을 이온화시킨 후, 니켈, 코발트, 망가니즈를 제외한 구리, 알루미늄, 철 등의 불순물을 중화 침전으로 제거한다.

4.2.2 용매 추출 공정을 통해 중화 침전에서 충분히 제거되지 않은 불순물을 완전히 제거하며, 이 때 니켈, 코발트, 망가니즈는 추출여액(Raffinate)으로 남게 된다.

4.2.3 추출여액에 가성소다 혹은 탄산소다를 투입하여 pH를 조정하며, 니켈, 코발트, 망가니즈를 수산화물 또는 탄산화물로 침전 여과하고, 여과 케이크를 수세하여 나트륨을 제거한다.

4.2.4 니켈-코발트-망가니즈의 수산화물 또는 탄산화물을 황산에 용해하여 복합 황산염 수용액을 제조한다.

4.2.5 제조공정은 대기오염・수질오염・소음・악취・유해물의 배출 등에 대하여 충분히 고려하여 설계하여야 한다. 또한, 제조에 있어 폐기물관리법, 화학물질관리법, 화학물질의 등록 및 평가 등에 관한 법률, 대기환경보전법, 물환경보전법, 소음.진동관리법, 악취방지법 등의 관련 법규를 반드시 준수하여야 한다.

5. 품 질

NCM 복합액은 7. 에 따라 시험하고, 다음 표 1에 적합하여야 한다.

표 1 - NCM 복합액의 품질기준

항 목	단 위	기 준
니켈 + 코발트+ 망가니즈 함유량(Ni+ Co+ Mn)	wt%	8.0 이상
철(Fe)	mg/kg	5 이하
구리(Cu)	mg/kg	5 이하
아연(Zn)	mg/kg	5 이하
크로뮴(Cr)	mg/kg	5 이하
알루미늄(Al)	mg/kg	5 이하
마그네슘(Mg)	mg/kg	20 이하
칼슘(Ca)	mg/kg	30 이하
규소(Si)	mg/kg	20 이하
리튬(Li)	mg/kg	400 이하
나트륨(Na)	mg/kg	5000 이하

비 고 표 1에 규정한 이외의 불순물에 대하여 수요자의 요구가 있을 때에는 이해당사자간의 협의에 따라 조정할 수 있다.

6. 시약 및 기구

분석 방법의 공통인 일반 사항은 KS M 0001, KS M 0016 및 KS M 0032의 규정을 참고한다.

6.1 산류

질산 (전자시약급, 60 ~ 70 %)과 황산(98 % 이상)을 사용한다.

6.2 원소 표준용액

6.2.1 니켈 표준용액(1 mg Ni/mL) 니켈(99.9 % 이상) 1.000 g 을 달아 비커(200 mL)에 옮겨 넣고 시계 접시로 덮어 질산(1+1) 30 mL를 넣고 천천히 가열 분해하고 계속 가열하여 질소 산화물 등을 날려 보낸다. 상온까지 냉각한 후, 시계 접시를 물로 씻어 치우고 부피 플라스크(1 000 mL)에 물을 사용하여 옮겨 넣고 물로 눈금까지 묽혀 니켈 표준용액으로 한다.

6.2.2 코발트 표준용액(1 mg Co/mL) 코발트(99.9 % 이상) 1.000 g 을 달아 비커(200 mL)에 옮겨 넣고 시계 접시로 덮어 질산(1+1) 30 mL를 넣어 가열 분해하고 계속 가열하여 질소 산화물 등을 날려 보낸다. 상온까지 냉각한 후, 시계 접시를 물로 씻어 제거하고 부피 플라스크(1 000 mL)에 물을 사용하여 옮겨 넣고 물로 눈금까지 묽혀 코발트 표준용액으로 한다.

6.2.3 망가니즈 표준용액(1 mg Mn/mL) 망가니즈(99.9 % 이상) 1.000 g 을 달아 비커(200 mL)에 옮겨 넣고 시계 접시로 덮어 염산(1+1) 30 mL를 가하고 천천히 가열 분해한다. 상온까지 냉각한 후, 시계 접시를 물로 씻어 제거하고 부피플라스크(1 000 mL)에 물을 사용하여 옮겨 넣고 물로 눈금까지 묽혀 망가니즈 표준용액으로 한다.

6.2.4 기타 무기원소 표준용액 Al, Ca, Cr, Cu, Fe, Si, Li, Mg, Na, Zn 100 mg/L 인 표준용액

비 고 원소 표준원액으로 사용할 수 있는 ICP-OES 원소 표준 기준 물질은 각각의 특징에 따라 상용화된 그것을 사용할 수 있다. 이것은 제조사의 사용 설명서에 의해 준비할 수 있다. 보통 표준원액은 염산이나 질산을 포함하며 몇 달 동안의 보존 기간이 있다.
상업적으로 조제되어 판매되고 있는 소급성이 확보된 표준용액을 사용할 수도 있다.

6.3 바탕시약용액

질산 1 mL와 정제수 100 mL 비율(1 % v/v)로 조제하여 사용한다.

6.4 장 치

6.4.1 ICP (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy)

운영에 대한 부분은 KS M 0032를 참조한다. 다만, 분광학적 분석에 대하여 AAS(Atomic Absprption Spectrometry)를 사용할 수 있으며, 이 경우 운영에 대한 부분은 KS M 0016을 참조하고, 항목별로 유효화 과정을 통해 검증 후 적용한다.

6.4.2 피펫류, 뷰렛, 부피플라스크

사용에 대한 부분은 KS L 2317을 참조한다.

6.4.3 저 울

0.1 mg까지 질량 측정이 가능한 저울을 사용한다.

6.5 필 터

KS M 7602에 맞는 필터를 사용한다.

7. 시험 방법

7.1 니켈(Ni), 코발트(Co), 망가니즈(Mn)

7.1.1 정량 방법의 구분

a) ICP 발광 분광 분석법 니켈 함유량 (4 ~ 7) %의 시료에 적용한다.

7.1.2 ICP 발광 분광 분석법

a) 개요 시료 용액의 일부를 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시켜 발광 강도를 측정하여 정량한다.

b) 시 약
1) 니켈 검정곡선 작업 표준용액(1.0 ~ 10 mg Ni/L) 니켈 표준용액(1 mg Ni/mL) 10 mL 를 100 mL 부피플라스크에 넣고 바탕 시약 용액으로 표선을 맞춘다. 이 용액을 희석하여 1.0, 2.0, 5.0, 10.0 mg/L를 조제한다.

c) 시료 용액 시료 약 0.1 g 을 취하여 0.1 mg 까지 정확히 달고 100 mL 용량플라스크에 바탕 시약 용액으로 표선을 맞춘 후 이 용액 10 mL 를 분취하여 250 mL 부피플라스크로 옮긴 후 바탕 시약 용액으로 표선을 맞추고 기기분석에 사용한다.

d) 시 험 c) 에서 얻은 용액 일부를 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마(plasma) 중에 분무시키고, 파장 231.60 nm 에서 발광 강도를 측정한다.

e) 바탕 시험 시료를 사용하지 않고 시료와 같은 시험 과정에 따라 시험한 용액을 바탕시험 용액으로 하고, 이 용액의 발광 강도를 측정하여 바탕 시험의 발광 강도로 한다.

f) 검정곡선의 작성

1) 니켈 표준용액 7.1.2 b) 1) 을 검정곡선용 표준용액으로 사용하여 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시키고 파장 231.60 nm 발광 강도를 측정한다. 이렇게 얻은 각 표준용액의 니켈 발광강도와 농도의 관계선을 작성하여 이를 검정곡선으로 한다.
검정곡선의 유효성 확보를 위해 R>0.99 이상은 되어야 한다.

2) c) 용액을 사용하여 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시켜서 1)에 작성한 검정곡선에 대비한 농도를 측정한다.

g) 계 산 시료 용액에 함유되어 있는 니켈 양은 다음 식에 따라 함유량을 계산한다.

$$\text{Ni} = \frac{(A_1 - A_2)}{m} \times V \times F \times 100$$

여기서, Ni : 시료 중의 니켈 함유량 (wt%)
A_1 : 시료 용액 중의 니켈 검출량(mg/L)
A_2 : 바탕 용액 중의 니켈 검출량(mg/L)
V : 시료 용액의 총 부피(=2.5L)
F : 무게 단위 환산인자(=0.001)
m : 시료의 질량(g)

h) **코발트(Co)와 망가니즈(Mn)** 는 **7.1.2** 와 동일하게 구현한다. 다만, 코발트는 파장 228.61 nm, 망가니즈는 파장 260.56 nm를 이용한다.

i) 복합액의 니켈+코발트+망가니즈 함유량은 위에서 구한 3원소의 합으로 한다.

7.2 철(Fe), 구리(Cu), 아연(Zn), 크로뮴(Cr), 알루미늄(Al)

7.2.1 정량 방법의 구분

a) ICP 발광 분광 분석법

철(Fe), 구리(Cu), 아연(Zn), 크로뮴(Cr), 알루미늄(Al) 함유량 0 ~ 10 mg/kg 이하의 시료에 적용한다.

7.2.2 ICP 발광 분광 분석법

a) **개 요** 용액의 일부를 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시켜 발광 강도를 측정한다.

b) **시 약**

1) **표준용액(100 mg/L)** 표준용액은 **6.2.4** 참조

c) **시료용액** 시료 약 2.0 g 을 채취하여 0.1 mg 까지 정확히 달고 100 mL 용량플라스크에 바탕 시약 용액으로 표선을 맞춘 후 시료용액으로 한다.

d) **시 험** c) 에서 얻은 용액의 일부를 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마(plasma) 중에 분무시키고. 각 원소별 파장 철 259.94 nm, 구리 324.74 nm, 아연 206.20 nm, 크로뮴 283.56 nm, 알루미늄 396.15 nm 에서 발광 강도를 측정한다.

e) **바탕 시험** 시료를 사용하지 않고 시료와 같은 시험 과정에 따라 시험한 용액을 바탕시험 용액으로 하고, 이 용액의 발광 강도를 측정하여 바탕 시험의 발광 강도로 한다.

f) **검정곡선의 작성**

1) 각 원소별로 표준용액 (6.2.4)을 희석하여 0.1 ~ 5.0 mg/L 농도의 검정곡선용 표준용액으로 조제하여 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시키고 원소별 파장에 따라 발광 강도를 측정한다. 이렇게 얻은 각 원소별 표준용액의 발광 강도와 농도의 관계선을 작성하여 이를 검정곡선으로 한다. 검정곡선의 유효성 확보를 위해 R>0.99 이상은 되어야 한다.

2) c) 용액을 사용하여 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시켜 1)에 작성한 검정곡선에 대비한 농도를 측정한다.

g) **계 산** 시료 용액에 함유되어 있는 각 원소의 양은 다음 식에 따라 함유량을 계산한다.

$$C = \frac{(A_1 - A_2)}{m} \times V$$

여기서, C : 시료 중의 철, 구리, 아연, 크로뮴, 알루미늄 함유량[mg/kg]

A_1 : 시료 용액 중의 철, 구리, 아연, 크로뮴, 알루미늄 검출량(mg/L)

A_2 : 바탕 용액 중의 철, 구리, 아연, 크로뮴, 알루미늄 검출량(mg/L)

V : 시료 용액의 총 부피(mL)

m : 시료의 질량(g)

7.3 마그네슘 (Mg), 칼슘 (Ca), 규소(Si)

7.3.1 정량 방법의 구분

a) ICP 발광 분광 분석법

마그네슘, 칼슘, 규소 함유량 0 ~ 30 mg/kg 이하의 시료에 적용한다.

7.3.2 ICP 발광 분광 분석법

a) **개요** 용액의 일부를 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시켜 발광 강도를 측정한다.

b) **시 약**

1) **표준용액** (100 mg/L) 표준용액은 6.2.4 참조

c) **시료용액** 시료 약 2.0 g 을 채취하여 0.1 mg 까지 정확히 달고 100 mL 용량플라스크에 바탕 시약 용액으로 표선을 맞춘 후 시료용액으로 한다.

d) **시 험** c) 에서 얻은 용액의 일부를 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마(plasma) 중에 분무시키고, 각 원소별 파장 마그네슘 280.27 nm, 칼슘 317.99 nm, 규소 251.61 nm 에서 발광 강도를 측정한다.

e) **바탕시험** 시료를 사용하지 않고 시료와 같은 시험 과정에 따라 시험한 용액을 바탕시험 용액으로 하고, 이 용액의 발광 강도를 측정하여 바탕 시험의 발광 강도로 한다.

f) **검정곡선의 작성**

1) 각 원소별로 표준용액 (6.2.4)을 희석하여 0.1 ~ 3.0 mg/L 농도의 검정곡선용 표준용액으로 조제하여 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시키고 원소별 파장에 따라 발광 강도를 측정한다. 이렇게 얻은 원소별 표준용액의 발광 강도와 농도의 관계선을 작성하여 이를 검정곡선으로 한다. 검정곡선의 유효성 확보를 위해 R>0.99 이상은 되어야 한다.

2) c) 용액을 사용하여 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시켜 1)에 작성한 검정곡선에 대비한 농도를 측정한다.

g) **계 산** 시료 용액에 함유되어 있는 각 원소의 양은 다음 식에 따라 함유량을 계산한다.

$$C = \frac{(A_1 - A_2)}{m} \times V$$

여기서, C : 시료 중의 마그네슘, 칼슘, 규소 함유량[mg/kg]
A_1 : 시료 용액 중의 마그네슘, 칼슘, 규소 검출량(mg/L)
A_2 : 바탕 용액 중의 마그네슘, 칼슘, 규소 검출량(mg/L)
V : 시료 용액의 총 부피(mL)
m : 시료의 질량(g)

7.4 리튬(Li), 나트륨(Na)

7.4.1 정량 방법의 구분

a) **ICP 발광 분광 분석법** 리튬 함유량 (0 ~ 400 mg/kg), 나트륨 함유량(0 ~ 5000 mg/kg) 의 시료에 대하여 적용한다.

7.4.2 ICP 발광 분광 분석법

a) **개 요** 용액의 일부를 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시켜 발광 강도를 측정한다.

b) **시 약**

1) **표준용액**(100 mg/L) 표준용액은 6.2.4 참조

c) **시료용액** 시료 약 0.1 g 을 채취하여 0.1 mg까지 정확히 달고 100 mL 용량플라스크에 바탕 시약 용액으로 표선을 맞춘 후 시료 용액으로 한다.

d) **시 험** c) 에서 얻은 용액의 일부를 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마(plasma) 중에 분무시키고, 리튬 610.36 nm, 나트륨 589.59 nm에서 발광 강도를 측정한다.

e) **바탕 시험** 시료를 사용하지 않고 시료와 같은 시험 과정에 따라 시험한 용액을 바탕시험 용액으로 하고, 이 용액의 발광 강도를 측정하여 바탕 시험의 발광 강도로 한다.

f) **검정곡선의 작성**

1) 각 원소별로 표준용액 (6.2.4)을 희석하여 (0.1 ~ 10.0) mg/L 농도의 검정곡선용 표준용액으로 조제하여 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시키고 원소별 파장에 따라 발광 강도를 측정한다. 이렇게 얻은 각 원소별 표준용액의 발광 강도와 농도의 관계선을 작성하여 이를 검정곡선으로 한다. 검정곡선의 유효성 확보를 위해 R>0.99 이상은 되어야 한다.

2) c)용액을 사용하여 ICP 발광 분광 장치의 아르곤 플라스마 중에 분무시켜 1)에 작성한 검정곡선에 대비한 농도를 측정한다.

g) **계 산** 시료 용액에 함유되어 있는 각 원소의 양은 다음 식에 따라 함유량을 계산한다.

$$C = \frac{(A_1 - A_2)}{m} \times V$$

여기서, C : 시료 중의 리튬, 나트륨 함유량[mg/kg]
A_1 : 시료 용액 중의 리튬, 나트륨 검출량(mg/L)
A_2 : 바탕 용액 중의 리튬, 나트륨 검출량(mg/L)
V : 시료 용액의 총 부피(mL)
m : 시료의 질량(g)

8. 검 사

NCM 복합액에 대하여 6. ~ 7. 에 따라 시험하고, 5. 의 품질규정에 따라 적합 여부를 결정한다.

9. 포장 및 표시

9.1 포 장

NCM 복합액은 ISO Tank를 사용하여 보관 및 이송하여야 하며, ISO Tank에는 유해물질 표시, 취급 시 주의사항, 경고표시가 명확히 표기되어야 하고 보관 및 이송 중 안전사고 등에 유의하여야 한다.

9.2 표 시

제조자는 납품 시마다 다음 사항을 표시한 자료를 구매자에게 제공하여야 하며, 구매자로부터 요구가 있을 경우에는 해당 제품에 대한 시험성적서를 제출하여야 한다.

1) 제품명
2) 제품 LOT 번호
3) 제조 및 납품일자
4) 제조업체명 또는 그 약호
5) 인증마크 및 인증기관
6) 품질 표시

제 정 자 : 국가기술표준원장
제　　정 : 2022년 00월 00일
관련공고 : 국가기술표준원-제2022-XXX호(2022. 00. 00)
작성기관 : (사)자원순환산업인증원
이 제품표준에 대한 의견 또는 질문은 (사)자원순환산업인증원(Tel. 02-538-6536)으로 연락하여 주십시오.

서울 강남구 테헤란로7길 22 한국과학기술회관 신관 910호