

ICS 71.060.30  
G 11  
备案号: 50909—2015

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2692—2015

代替 HG/T 2692—2007

---

### 蓄电池用硫酸

Sulphuric acid for storage batteries

2015-07-14 发布

2016-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 产品分类 .....	1
4 要求 .....	1
4.1 外观 .....	1
4.2 技术要求 .....	1
5 试验方法 .....	2
5.1 通则 .....	2
5.2 外观的测定 .....	2
5.3 硫酸质量分数的测定 .....	2
5.4 灰分质量分数的测定 .....	2
5.5 锰质量分数的测定 .....	2
5.6 铜质量分数的测定 .....	4
5.7 铁质量分数的测定 .....	6
5.8 砷质量分数的测定 .....	6
5.9 氯质量分数的测定 .....	6
5.10 氮氧化物质量分数的测定 .....	7
5.11 铵质量分数的测定 .....	9
5.12 二氧化硫质量分数的测定 .....	11
5.13 还原高锰酸钾物质质量分数的测定 .....	12
5.14 透明度的测定 .....	12
6 检验规则 .....	12
7 标志、包装、运输和贮存 .....	13
8 安全 .....	13
附录 A (规范性附录) 次氯酸钠溶液的配制 .....	14

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2692—2007《蓄电池用硫酸》。与 HG/T 2692—2007 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 修改了标准的适用范围（见 1，2007 年版的 1）；
- 修改了对蓄电池用硫酸外观的要求（见 4.1，2007 年版的 4.1）；
- 修改了蓄电池用硫酸的产品质量等级和指标值（见 4.2，2007 年版的 4.2）；
- 修改了灰分、铁、砷、氯质量分数和透明度的测定方法（见 5.4、5.7、5.8、5.9 和 5.14，2007 年版的 5.2、5.4、5.5、5.6 和 5.13）；
- 修改了测定锰、铜、氮氧化物和铵质量分数的允许差的规定（见 5.5.1.6、5.5.2.6、5.6.1.6、5.6.2.5、5.10.5 和 5.11.5，2007 年版的 5.3.5、5.7.5、5.8.5、5.10.5 和 5.12.5）；
- 修改了测定氮氧化物和铵质量分数的标准溶液浓度和工作曲线的绘制（见 5.10.2、5.10.4.2、5.11.2.7 和 5.11.4.1，2007 年版的 5.7.2、5.7.4.2、5.8.2.7 和 5.8.4.1）；
- 修改了检验规则的部分内容（见 6，2007 年版的 6）；
- 修改了标志的内容（见 7.1，2007 年版的 8.1）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会硫和硫酸分技术委员会（SAC/TC63/SC7）归口。

本标准起草单位：南化集团研究院、南京云泰化工总厂、云南省产品质量监督检验研究院、山东省产品质量检验研究院。

本标准主要起草人：冯俊婷、周怒海、他德洪、邹惠玲、卞爱军、杨维智、夏攀登、张静、丁培杰、邱爱玲。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HGB 1008—1959；GB 4554—1984；HG/T 2692—1995；HG/T 2692—2007。

## 蓄电池用硫酸

**警告：**本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的的安全和健康措施。

### 1 范围

本标准规定了蓄电池用硫酸的产品分类，要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于以工业硫酸提纯或三氧化硫吸收等生产工艺制得的蓄电池用硫酸。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 190 危险货物包装标志

GB/T 534—2014 工业硫酸

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

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 15258 化学品安全标签编写规定

GB/T 16483 化学品安全技术说明书 内容和项目顺序

### 3 产品分类

蓄电池用硫酸分为浓硫酸和稀硫酸两类。

### 4 要求

#### 4.1 外观

蓄电池用硫酸优等品应为无色透明液体，无明显可见沉淀和悬浮物。

蓄电池用硫酸一等品和合格品应为无色或淡黄色透明液体，无明显可见沉淀和悬浮物。

#### 4.2 技术要求

蓄电池用硫酸的产品质量应符合表1的规定。

表 1

项 目	指 标				
	浓硫酸			稀硫酸	
	优等品	一等品	合格品	优等品	合格品
硫酸(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )质量分数,w/%	≥ 96.0	92.0	92.0	34.0	34.0
灰分质量分数,w/%	≤ 0.001	0.02	0.03	0.01	0.01
锰(Mn)质量分数,w/%	≤ 0.000 05	0.000 05	0.000 1	0.000 02	0.000 02
铜(Cu)质量分数,w/%	≤ 0.000 01	0.000 5	0.005	0.000 2	0.000 2
铁(Fe)质量分数,w/%	≤ 0.000 05	0.002	0.010	0.000 5	0.002
砷(As)质量分数,w/%	≤ 0.000 003	0.000 05	0.000 1	0.000 02	0.000 02
氯(Cl)质量分数,w/%	≤ 0.000 03	0.000 2	0.000 3	0.000 1	0.000 1
氮氧化物(以 N 计)质量分数,w/%	≤ 0.000 01	0.000 1	0.001	0.000 04	0.000 04
铵(NH <sub>4</sub> )质量分数,w/%	≤ 0.000 2	0.001	—	0.000 4	—
二氧化硫(SO <sub>2</sub> )质量分数,w/%	≤ 0.000 5	0.004	0.007	0.002	0.002
还原高锰酸钾物质(以 O 计)质量分数,w/%	≤ 0.000 2	0.001	0.002	0.000 4	0.000 4
透明度/mm	≥ 160	160	100	350	350

5 试验方法

5.1 通则

本标准中所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观的测定

量取 50 mL 试样,注入 50 mL 比色管中,以水作为参比溶液,沿比色管直径对光目视测定。

5.3 硫酸质量分数的测定

按 GB/T 534—2014 中 5.2 的规定,其中稀硫酸的称样量约 2 g,精确至 0.000 1 g。

5.4 灰分质量分数的测定

按 GB/T 534—2014 中 5.3 的规定。

5.5 锰质量分数的测定

5.5.1 原子吸收分光光度法——仲裁法

5.5.1.1 原理

试样蒸干后,残渣溶解于稀硝酸中。用原子吸收分光光度计,在波长 279.5 nm 处,以空气-乙炔火焰测定锰的吸光度,用标准曲线法计算测定结果。

5.5.1.2 一般规定

本方法所用的水全部为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5.5.1.3 试剂

5.5.1.3.1 硝酸溶液:1+1。

5.5.1.3.2 锰(Mn)标准溶液:100 μg/mL。

5.5.1.4 仪器

原子吸收分光光度计:附有锰空心阴极灯。

### 5.5.1.5 分析步骤

#### 5.5.1.5.1 试液的制备

称取约 30 g 试样（视试样中锰质量分数的多少，可适当改变称样量），精确至 0.01 g。置于烧杯中，于砂浴（或可调温电炉）上蒸干。冷却后，加入 5 mL 硝酸溶液和 20 mL 水，加热溶解残渣，再蒸发至干。冷却，加入 5 mL 硝酸溶液和 5 mL 水溶解残渣，移入 25 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。备用。

#### 5.5.1.5.2 工作曲线的绘制

取 6 只 100 mL 容量瓶，分别加入锰标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，各加入 20 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入锰标准溶液的空白溶液调零，于波长 279.5 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中锰的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

#### 5.5.1.5.3 测定

将试液（见 5.5.1.5.1）按 5.5.1.5.2 中第二段的步骤进行。同时做空白试验。

#### 5.5.1.6 结果计算

以试液的吸光度值减去空白试验的吸光度值，根据所得吸光度值差，从工作曲线上查得相应的锰的浓度，或用线性回归方程计算出锰的浓度。

锰质量分数  $w_1$ ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的锰的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V$ ——试液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的相对偏差应不大于 20 %。

### 5.5.2 分光光度法

#### 5.5.2.1 原理

试料蒸发至干后，用硫酸、磷酸和水溶解，加入高碘酸钠并加热，以银离子为催化剂将锰氧化成高锰酸，测量高锰酸的吸光度，计算出锰的质量分数。

#### 5.5.2.2 一般规定

本试验配制溶液和整个测定过程中的用水除应符合 GB/T 6682 三级水规定要求外，使用前还应预先处理，向水中加少量硫酸成酸性，滴加高锰酸钾至呈紫红色，用蒸馏装置蒸馏一次。处理过程中，注意不要接触有机物。

#### 5.5.2.3 试剂

##### 5.5.2.3.1 磷酸。

##### 5.5.2.3.2 硫酸溶液：1+1。

##### 5.5.2.3.3 硝酸溶液：1+1。

##### 5.5.2.3.4 硝酸银溶液：10 g/L。

##### 5.5.2.3.5 高碘酸钠饱和溶液：约 100 g/L。

##### 5.5.2.3.6 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液：50 g/L。

##### 5.5.2.3.7 锰（Mn）标准溶液：100 $\mu\text{g/mL}$ 。



**5.5.2.3.8 锰 (Mn) 标准溶液: 10 μg/mL。**

量取 10.00 mL 锰标准溶液 (见 5.5.2.3.7), 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液使用时配制。

**5.5.2.4 仪器**

分光光度计: 具有 2 cm 比色皿。

**5.5.2.5 分析步骤****5.5.2.5.1 试液的制备**

称取约 100 g 试样 (视试样中锰质量分数的多少, 可适当改变称样量), 精确至 0.1 g。置于 300 mL 烧杯中, 加热蒸发至干。稍冷后, 加入少量水, 加热溶解。冷却后, 过滤于 50 mL 烧杯中, 加热浓缩至体积约为 5 mL, 冷却。备用。

**5.5.2.5.2 工作曲线的绘制**

取 6 个 50 mL 烧杯, 分别加入锰标准溶液 (见 5.5.2.3.8) 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL, 视需要加热浓缩至体积约为 5 mL。冷却后, 分别加入 2.5 mL 硫酸溶液、0.3 mL 磷酸、1 mL 硝酸银溶液和 7 mL 高碘酸钠饱和溶液, 盖上表面皿, 在电炉上加热煮沸 2 min。冷却后, 移入 25 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此为 A 溶液。取部分 A 溶液, 置于 2 cm 比色皿中, 以水为参比, 在 530 nm 波长处测得吸光度值  $A_1$ 。向剩余 A 溶液中加入 2 滴~3 滴乙二胺四乙酸二钠溶液, 用力摇匀, 使高锰酸的紫红色褪去, 立即取部分此液, 置于 2 cm 比色皿中, 以水为参比, 在波长 530 nm 处测得吸光度值  $A_2$ 。用吸光度值  $A_1$  减去吸光度值  $A_2$ , 得吸光度值差  $A_3$ 。以所得的吸光度值差  $A_3$  为纵坐标、相应的锰的质量 (单位为微克) 为横坐标, 绘制工作曲线, 或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

**5.5.2.5.3 测定**

将试液 (见 5.5.2.5.1) 按 5.5.2.5.2 中自“加入 2.5 mL 硫酸溶液……得吸光度值差  $A_3$ ”的步骤进行。同时做空白试验。

**5.5.2.6 结果计算**

以试液的吸光度值差  $A_3$  减去空白试验的吸光度值, 根据所得吸光度值差, 从工作曲线上查得相应的锰的质量, 或用线性回归方程计算出锰的质量。

锰 (Mn) 质量分数  $w_2$ , 按公式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的锰的质量的数值, 单位为微克 (μg);

$m$ ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的相对偏差应不大于 20 %。

**5.6 铜质量分数的测定****5.6.1 原子吸收分光光度法——仲裁法****5.6.1.1 原理**

试料蒸干后, 残渣溶解于稀硝酸中。用原子吸收分光光度计, 在波长 324.8 nm 处, 以空气-乙炔火焰测定铜的吸光度, 用标准曲线法计算测定结果。

**5.6.1.2 一般规定**

本方法所用的水全部为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

**5.6.1.3 试剂****5.6.1.3.1 硝酸溶液: 1+1。****5.6.1.3.2 铜 (Cu) 标准溶液: 100 μg/mL。**

#### 5.6.1.4 仪器

原子吸收分光光度计：附有铜空心阴极灯。

#### 5.6.1.5 分析步骤

##### 5.6.1.5.1 试液的制备

称取约 30 g 试样（视试样中铜质量分数的多少，可适当改变称样量），精确至 0.01 g。置于烧杯中，于砂浴（或可调温电炉）上蒸干。冷却后，加入 5 mL 硝酸溶液和 20 mL 水，加热溶解残渣，再蒸发至干。冷却，加入 5 mL 硝酸溶液和 5 mL 水溶解残渣，移入 25 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。备用。

##### 5.6.1.5.2 工作曲线的绘制

取 6 只 100 mL 容量瓶，分别加入铜标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，各加入 20 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入铜标准溶液的空白溶液调零，于波长 324.8 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中铜的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

##### 5.6.1.5.3 测定

将试液（5.6.1.5.1）按 5.6.1.5.2 中第二段的步骤进行。同时做空白试验。

##### 5.6.1.6 结果计算

以试液的吸光度值减去空白试验的吸光度值，根据所得吸光度值差，从工作曲线上查得相应的铜的浓度，或用线性回归方程计算出铜的浓度。

铜质量分数  $w_3$ ，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$\rho$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铜的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V$ ——试液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的相对偏差应不大于 20 %。

#### 5.6.2 分光光度法

##### 5.6.2.1 原理

试料蒸干后，用硫酸溶解，加入柠檬酸氢二铵溶液，用氨水中和，再加入双环己酮草酰二脲溶液，与铜络合，测量络合物的吸光度，计算出铜的质量分数。

##### 5.6.2.2 试剂

5.6.2.2.1 硫酸溶液：1+1。

5.6.2.2.2 氨水溶液：1+1。

5.6.2.2.3 柠檬酸氢二铵溶液：100 g/L。

5.6.2.2.4 双环己酮草酰二脲溶液：1 g/L。

称取 0.5 g 双环己酮草酰二脲，置于烧杯中，加入 50 mL 乙醇（95 %）和 50 mL 温水，在水浴上加热，搅拌至溶解。有不溶物时，过滤。移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.6.2.2.5 铜（Cu）标准溶液：100  $\mu\text{g/mL}$ 。

5.6.2.2.6 铜（Cu）标准溶液：10  $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 铜标准溶液（见 5.6.2.2.5），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。



此溶液使用时配制。

5.6.2.2.7 酚酞指示液：10 g/L。

5.6.2.3 仪器

分光光度计：具有 2 cm 比色皿。

5.6.2.4 分析步骤

5.6.2.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个 100 mL 烧杯，分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铜标准溶液。缓慢加热，蒸干至冒白烟。放置冷却，加入 5 mL 硫酸溶液，加热溶解。冷却后移入 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 柠檬酸氢二铵溶液，加 1 滴~2 滴酚酞指示液，一边摇动一边滴加氨水溶液至呈现微红色。然后冷却至 30℃~15℃，加入 10 mL 双环己酮草酰二胺溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置约 10 min。

在 600 nm 波长处，用 2 cm 比色皿，以水为参比，用分光光度计测定上述溶液的吸光度。

从每份标准显色溶液的吸光度值减去空白溶液的吸光度值，以所得的吸光度值差为纵坐标、相应的铜的质量（单位为微克）为横坐标，绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

5.6.2.4.2 测定

称取约 3 g 试样（视试样中铜质量分数的多少，可适当改变称样量），精确至 0.01 g。移入 100 mL 烧杯中，然后按 5.6.2.4.1 中自“缓慢加热……用分光光度计测定上述溶液的吸光度”的步骤进行。同时做空白试验。

5.6.2.5 结果计算

以试液的吸光度值减去空白试验的吸光度值，根据所得吸光度值差，从工作曲线上查得相应的铜的质量，或用线性回归方程计算出铜的质量。

铜质量分数  $w_4$ ，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铜的质量的数值，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的相对偏差应不大于 20 %。

5.7 铁质量分数的测定

按 GB/T 534—2014 中 5.5 的规定。

5.8 砷质量分数的测定

按 GB/T 534—2014 中 5.6 的规定。

5.9 氯质量分数的测定

5.9.1 原理

在冷却条件下，将试料慢慢注入到一定量的水中，加硝酸及硝酸银与氯离子反应生成氯化银混浊液，与标准浊阶比较，测定氯的质量分数。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 硫酸。

5.9.2.2 无氯硫酸：将硫酸（见 5.9.2.1）加热至冒白烟赶出氯离子。

5.9.2.3 硝酸溶液：1+2。

5.9.2.4 硝酸银溶液：17 g/L。

贮于棕色瓶中。

5.9.2.5 氯化物（Cl）标准溶液：100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

**5.9.2.6 氯化物 (Cl) 标准溶液: 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。**

量取 10.00 mL 氯化物标准溶液 (见 5.9.2.5), 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液使用时配制。

**5.9.3 仪器**

具塞玻璃比色管: 容积 50 mL。

**5.9.4 分析步骤****5.9.4.1 标准浊阶的制作**

在冷却条件下分别向 6 只盛有 25 mL 水的比色管中加入 5 g 无氯硫酸, 再依次加入氯化物标准溶液 (见 5.9.2.6) 0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL, 然后分别加入 1 mL 硝酸溶液、2 mL 硝酸银溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。于暗处静置 20 min。

**5.9.4.2 测定**

称取约 20 g 试样, 精确至 0.01 g。在冷却条件下转移到盛有 25 mL 水的烧杯中, 冷却后移入比色管中, 加入 1 mL 硝酸溶液和 2 mL 硝酸银溶液, 再用水稀释至刻度, 摇匀。于暗处静置 20 min。

用目视比浊法与标准浊阶比较, 测得氯的质量。

**5.9.5 结果计算**

氯质量分数  $w_5$ , 按公式 (5) 计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$m_1$ ——从标准浊阶上查得的氯的质量的数值, 单位为微克 ( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

**5.10 氮氧化物质量分数的测定****5.10.1 原理**

用高锰酸钾将亚硝酸根氧化成硝酸根。在规定条件下, 硝酸根与 2,4-二甲苯酚反应生成硝基衍生物, 蒸馏并用氢氧化钠溶液吸收此硝基衍生物, 测量硝基苯酚钠黄色溶液的吸光度。

**5.10.2 试剂****5.10.2.1 乙酸汞。****5.10.2.2 硫酸: 优级纯。**

为保证完全除去氮氧化物, 往约 20 mL 水中小心加入 80 mL 浓硫酸, 加热至冒白烟, 冷却。重复一次稀释及加热步骤。

**5.10.2.3 2,4-二甲苯酚冰乙酸溶液: 1+100。**

量取 0.5 mL 2,4-二甲苯酚, 置于盛有冰乙酸的 50 mL 容量瓶中, 再用冰乙酸稀释至刻度。该溶液使用时配制。

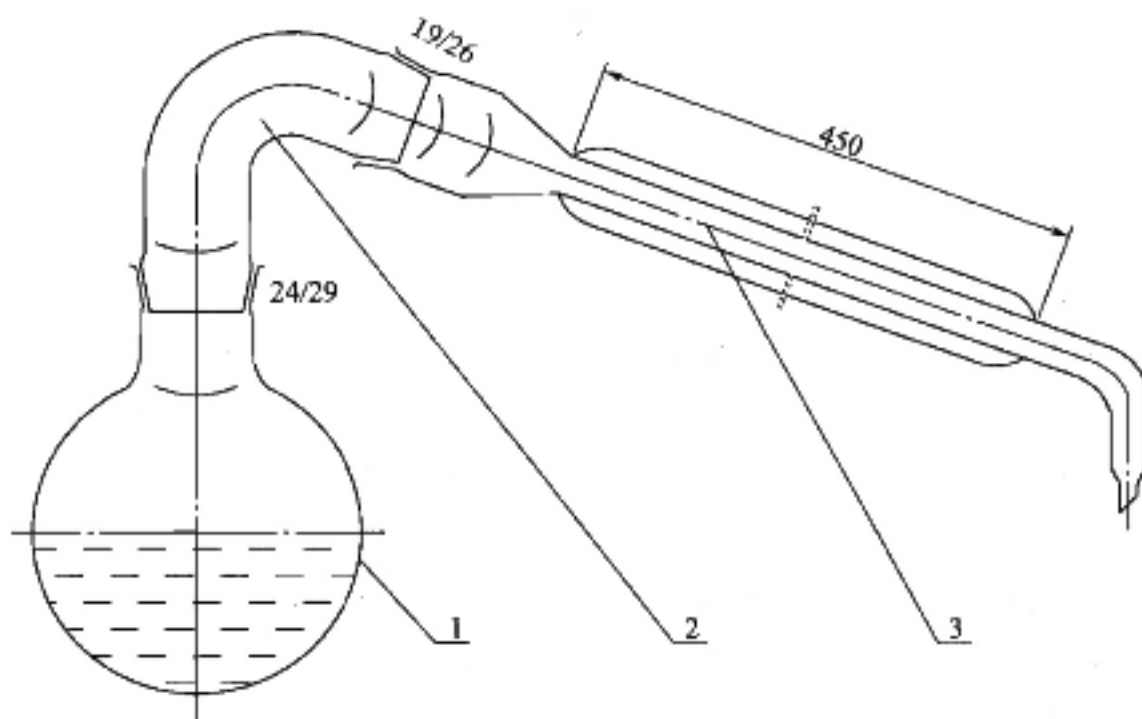
**5.10.2.4 高锰酸钾溶液: 3.16 g/L。****5.10.2.5 氢氧化钠溶液: 80 g/L。****5.10.2.6 过氧化氢溶液: 1+100。****5.10.2.7 氮 (N) 标准溶液: 0.1 mg/mL。****5.10.2.8 氮 (N) 标准溶液: 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。**

量取 10.00 mL 氮标准溶液 (见 5.10.2.7), 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液使用时现配。

**5.10.3 仪器****5.10.3.1 分光光度计: 具有 3 cm 比色皿。****5.10.3.2 恒温水浴: 能控制温度在  $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。**

## 5.10.3.3 具磨口玻璃连接的蒸馏器：如图 1 所示。

单位为毫米



说明：

- 1——蒸馏瓶，250 mL，具内接头；  
 2——成 70° 的斜回收弯管，具外接头；  
 3——直形冷凝管，有效长度约 450 mm，具内接头，与斜回收弯管连接。

图 1 蒸馏器示意图

## 5.10.4 分析步骤

## 5.10.4.1 试液的制备

称取约 20 g 试样，精确至 0.01 g。根据称得试样的质量及其硫酸的质量分数，计算出将其硫酸的质量分数调整为 75 % 时所需加入的水量或硫酸量。当试料中硫酸的质量分数大于 75 % 时，先把蒸馏瓶置于冰水浴中，然后往瓶中加入所需加入的水量，再一边摇动蒸馏瓶一边缓慢加入试料；当试料中硫酸的质量分数小于 75 % 时，先将蒸馏瓶置于冰水浴中，然后往瓶中加入试料，再加入所需加入的硫酸量。在此操作过程中，应保持溶液温度低于 35 °C。

假如测定时或事先已知试液的吸光度值超出工作曲线的范围，可适当减少称样量，并添加硫酸至约 20 g，然后按上述步骤调整试液中硫酸的质量分数为 75 %。

## 5.10.4.2 工作曲线的绘制

量取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氮标准溶液（见 5.10.2.8），分别置于 6 个蒸馏瓶中，然后对每个蒸馏瓶中的溶液做下述处理：把蒸馏瓶置于冰水浴中，向蒸馏瓶中加入 0.200 g 乙酸汞，再一边搅拌一边缓慢加入 20 mL 硫酸，在此过程中维持温度低于 35 °C。从冰水浴中取出蒸馏瓶，加入 1 mL 2,4-二甲苯酚冰乙酸溶液，摇匀，然后在温度控制于 35 °C ± 1 °C 的恒温水浴中放置 30 min。

取出蒸馏瓶，加适量水使溶液体积约为 120 mL，连接蒸馏装置，加热至沸，收集馏出液于盛有 10 mL 氢氧化钠溶液的 100 mL 容量瓶中。当收集的馏出液达 60 mL（约需 15 min）时，停止往冷凝管中通入冷却水，再蒸出数毫升馏出液。溶液冷却至室温后，用水稀释至刻度，摇匀。

在分光光度计 455 nm 波长处，用 3 cm 比色皿，以水为参比，测量上述溶液的吸光度。

从每份标准显色溶液的吸光度值减去空白溶液的吸光度值，以所得的吸光度值差为纵坐标、相应的氮的质量为横坐标，绘制工作曲线。

## 5.10.4.3 测定

往盛有试液（见 5.10.4.1）的蒸馏瓶中加入 0.200 g 乙酸汞，再加适量高锰酸钾溶液使淡红色稳定数分钟不褪，然后加数滴过氧化氢溶液使之褪色，加入 1 mL 2,4-二甲苯酚冰乙酸溶液，摇匀，置

蒸馏瓶于 35℃±1℃ 的恒温水浴中放置 30 min, 然后按 5.10.4.2 第二段和第三段“取出蒸馏瓶……测量上述溶液的吸光度”的步骤进行。

同时做空白试验。

### 5.10.5 结果计算

以试液的吸光度值减去空白试验的吸光度值, 根据所得吸光度值差, 从工作曲线上查得相应的氮的质量。

氮氧化物 (以 N 计) 质量分数  $w_5$ , 按公式 (6) 计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \text{..... (6)}$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的氮的质量的数值, 单位为微克 ( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的相对偏差应不大于 20 %。

## 5.11 铵质量分数的测定

### 5.11.1 原理

试样中加入氢氧化钠成强碱性后, 用水蒸气蒸馏, 取出部分馏出液, 加入苯酚亚硝基铁氰化钠和次氯酸钠, 生成蓝色醌酚, 测量其吸光度, 计算出铵的质量分数。

### 5.11.2 试剂

5.11.2.1 盐酸溶液: 1+120。

5.11.2.2 氢氧化钠溶液: 4 g/L。

5.11.2.3 无氨的氢氧化钠溶液: 300 g/L。

5.11.2.4 苯酚亚硝基铁氰化钠溶液。

称取 5.0 g 苯酚和 0.025 g 亚硝基铁氰化钠, 溶解于水, 用水稀释至 500 mL, 保存于阴凉暗处, 1 个月内有效。

5.11.2.5 次氯酸钠溶液: 含有效氯为 1 g/L。

次氯酸钠溶液的配制按附录 A 的规定。

5.11.2.6 铵 ( $\text{NH}_4$ ) 标准溶液: 0.1 mg/mL。

5.11.2.7 铵 ( $\text{NH}_4$ ) 标准溶液: 5  $\mu\text{g}$ /mL。

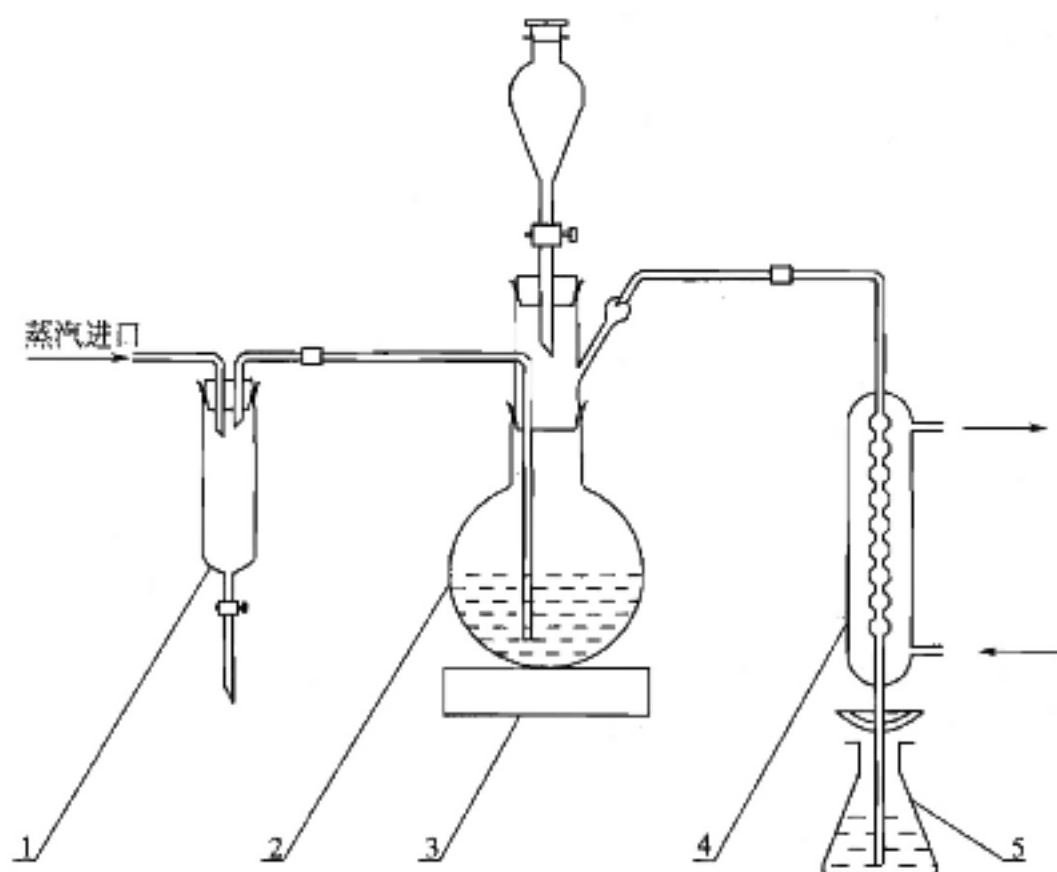
量取 5.00 mL 铵标准溶液 (见 5.11.2.6), 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液使用时配制。

5.11.2.8 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

### 5.11.3 仪器

5.11.3.1 分光光度计: 具有 0.5 cm 比色皿。

5.11.3.2 具磨口玻璃连接的水蒸气蒸馏装置: 如图 2 所示。



说明:

- 1——除水器;
- 2——蒸馏瓶: 容积 500 mL, 具蒸汽进出导管和有聚四氟乙烯活塞的分液漏斗, 分液漏斗备塞子塞紧;
- 3——电炉: 与调压变压器连接, 可调节加热功率;
- 4——冷凝管: 下方具玻璃托盘, 防止管外部冷凝液流入锥形瓶;
- 5——锥形瓶: 容积 250 mL。

图 2 水蒸气蒸馏装置示意图

#### 5.11.4 分析步骤

##### 5.11.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个 50 mL 容量瓶, 分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铵标准溶液 (见 5.11.2.7), 加水至约 25 mL, 加入 5 mL 苯酚亚硝基铁氰化钠溶液, 摇匀。再加入 5 mL 次氯酸钠溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。在室温条件下, 放置 2 h。在分光光度计 640 nm 波长处, 用 0.5 cm 比色皿, 以水为参比, 测量溶液的吸光度。从每份标准显色溶液的吸光度值减去空白溶液的吸光度值, 以所得的吸光度值差为纵坐标、相应的铵的质量为横坐标, 绘制工作曲线, 或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

##### 5.11.4.2 测定

按图 2 所示装配仪器。于锥形瓶中加入 10 mL 盐酸溶液和 40 mL 水, 使冷凝管的下端插至溶液底部。称取约 50 g 试样 (精确至 0.1 g), 缓慢加到盛有 50 mL 水的蒸馏瓶中。向蒸馏瓶中加入数滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液, 从分液漏斗中缓慢加入无氨的氢氧化钠溶液至溶液呈现绿色, 再过量 30 mL。加热蒸馏瓶, 溶液开始沸腾后, 使蒸汽从蒸汽发生瓶通入蒸馏瓶中, 进行蒸汽蒸馏, 控制馏出速度约为每分钟 3 mL~5 mL。当锥形瓶中溶液达到约 180 mL 时, 停止蒸馏。将锥形瓶中的溶液移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此为 A 溶液。

量取 25.00 mL A 溶液, 置于 100 mL 烧杯中, 加数滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液, 用氢氧化钠溶液滴定, 得出中和所需的氢氧化钠溶液的毫升数。

另量取 25.00 mL A 溶液, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入由上步骤得出的中和所需毫升数的氢氧化钠溶液, 将溶液中和。加入 5 mL 苯酚亚硝基铁氰化钠溶液, 摇匀。再加入 5 mL 次氯酸钠溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。在室温条件下, 放置 2 h。在分光光度计 640 nm 波长处, 用 0.5 cm 比色皿, 以水为参比, 测量溶液的吸光度。

同时做空白试验。



假如测定时或事先已知试液的吸光度值超出工作曲线的范围,可适当减少量取 A 溶液的量。

### 5.11.5 结果计算

以试液的吸光度值减去空白试验的吸光度值,根据所得吸光度值差,从工作曲线上查得或用线性回归方程计算出铵的质量。

铵质量分数  $w_7$ ,按公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铵的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的相对偏差应不大于 20 %。

## 5.12 二氧化硫质量分数的测定

### 5.12.1 原理

在冷却条件下,把试料慢慢注入一定量的氨磺酸溶液中,以淀粉为指示剂,用碘标准滴定溶液滴定,计算出二氧化硫的质量分数。

### 5.12.2 试剂

#### 5.12.2.1 氨磺酸溶液: 100 g/L。

称取 100.0 g 氨磺酸,溶于水中,加水稀释至 1 000 mL,有不溶物时应过滤。

#### 5.12.2.2 碘标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{I}_2\right) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

#### 5.12.2.3 碘标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{I}_2\right) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

量取 20.00 mL 碘标准滴定溶液(见 5.12.2.2),置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用时配制。

#### 5.12.2.4 淀粉指示液: 10 g/L。

### 5.12.3 分析步骤

称取约 40 g 试样,精确至 0.01 g。在冷却的条件下把试料缓缓注入盛有 10 mL 氨磺酸溶液及 200 mL 水的锥形瓶中,注意温度不得高于 30 ℃。加入 2 mL 淀粉指示液,用碘标准滴定溶液(5.12.2.3)滴定至浅蓝色为终点[当二氧化硫质量分数大于 0.015 % 时,使用碘标准滴定溶液(5.12.2.2)]。

同时做空白试验。

### 5.12.4 结果计算

二氧化硫质量分数  $w_8$ ,按公式(8)计算:

$$w_8 = \frac{(V_1 - V_0)cM/2\,000}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$V_1$ ——滴定耗用碘标准滴定溶液(见 5.12.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——空白试验耗用碘标准滴定溶液(见 5.12.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——碘标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——试样的质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——二氧化硫的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M = 64.06$ )。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的绝对差值应不大于 0.000 4 %。



### 5.13 还原高锰酸钾物质质量分数的测定

#### 5.13.1 原理

试料注入高锰酸钾溶液中，加入过量的硫酸亚铁铵溶液，再用高锰酸钾溶液返滴定，计算出还原高锰酸钾物质（以 O 计）的质量分数。

#### 5.13.2 试剂

##### 5.13.2.1 硫酸亚铁铵溶液： $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

称取约 4.0 g 硫酸亚铁铵，溶解于 1 000 mL 硫酸溶液（1+17）中。

##### 5.13.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液： $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601 的规定配制和标定  $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right) = 0.1 \text{ mol/L}$  的标准滴定溶液，将该标准滴定溶液再稀释 10 倍而得。该溶液使用时配制。

#### 5.13.3 分析步骤

量取 5.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液，置于盛有 100 mL 水的 300 mL 烧杯中。称取约 40 g 试样（精确至 0.01 g），边冷却边缓慢加入烧杯中（如果加入试料后溶液的紫红色褪尽，应将量取高锰酸钾标准滴定溶液 5.00 mL 改为 10.00 mL，重新进行上述操作）。加热至约 55℃，然后自然冷却约 30 min 后，量取 10.00 mL 硫酸亚铁铵溶液，置于此烧杯中，立即用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至呈现淡紫红色为终点。

同时做空白试验。

#### 5.13.4 结果计算

还原高锰酸钾物质（以 O 计）质量分数  $w_9$ ，按公式（9）计算：

$$w_9 = \frac{(V_1 - V_0)cM/2\,000}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$V_1$ ——滴定耗用高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——空白试验耗用高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——高锰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）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

$M$ ——氧的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M = 16.00$ ）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的绝对差值：浓硫酸应不大于 0.000 4%，稀硫酸应不大于 0.000 06%。

### 5.14 透明度的测定

按 GB/T 534—2014 中 5.9 的规定，其中稀硫酸测定时使用的玻璃透视管的高度为 400 mm。

## 6 检验规则

6.1 蓄电池用硫酸由生产厂的质量监督检查部门负责按批检验，一般以每一贮罐为一批。生产厂应保证每批出厂的产品符合本标准的要求。每批出厂产品都应附有质量证明书，其内容包括：产品名称、产品等级、生产厂名、厂址、批号或生产日期、本标准编号等。

6.2 外观、硫酸质量分数、灰分质量分数、铁质量分数、二氧化硫质量分数、还原高锰酸钾物质质量分数和透明度等 7 项为出厂检验项目，应逐批检验。

本标准所列的全部技术要求项目为型式检验项目。在正常生产情况下，每季度至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，也应进行型式检验：

a) 原辅材料来源或工艺发生变化，可能影响产品质量时；

- b) 停产后恢复生产时;
- c) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- d) 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时;
- e) 用户提出进行型式检验的要求时。

6.3 检验用的样品,由质检部门专人随机采样。采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行。取样总量不得少于 1 000 mL。

6.4 将取得的试样混合均匀,立即装入两个清洁、干燥、具磨口塞的玻璃瓶中,瓶上应贴有标签,注明生产企业名称、产品名称、批号、采样日期、采样者姓名等。一瓶用于检验,另一瓶应保存不少于 15 天以备查用。

6.5 检验结果按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定是否符合本标准。若检验结果有一项指标不符合本标准的要求,应重新自两倍量的包装中或取样点上取样复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

6.6 使用单位有权按照本标准的规定对收到的蓄电池用硫酸进行验收,核准其质量是否符合本标准的要求。当供需双方对产品质量发生异议时,应由有资质的检验机构仲裁检验。

## 7 标志、包装、运输和贮存

7.1 蓄电池用硫酸的标签应符合 GB 15258 的规定。蓄电池用硫酸的包装容器上应有明显、牢固的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、净质量、批号或生产日期、本标准编号和符合 GB 190 规定的“腐蚀性物质”标志。

7.2 蓄电池用硫酸应装于专用的槽车(船)内,槽车(船)应定期清理。蓄电池用硫酸也可装于其他耐酸包装容器(如塑料桶)内,其容器大小视需要而定,容器需用耐酸材料的盖密封。

7.3 蓄电池用硫酸应装于专用的槽车(船)内或其他专用耐酸包装容器内运输。通过汽车、铁路及水路运输时应预防酸泄漏,以免污染环境。

7.4 蓄电池用硫酸应贮存于阴凉、干燥、通风良好的仓间。应与易燃和可燃物、碱类、金属粉末等分开存放,不可混储混运。

## 8 安全

8.1 蓄电池用硫酸生产企业提供的化学品安全技术说明书应符合 GB/T 16483 的规定。

8.2 蓄电池用硫酸是一种强酸,具有腐蚀性、灼伤性,操作时必须穿戴防护眼镜、耐酸手套和防护服。

8.3 工作现场应备有应急水源。

8.4 蓄电池用硫酸若溅在身上,应立即脱去被污染衣着,用大量流动清水冲洗至少 15 min,就医;蓄电池用硫酸若溅入眼睛,应立即提起眼睑,用大量流动清水或生理食盐水冲洗至少 15 min,就医。

8.5 蓄电池用硫酸应避免与有机物、金属粉末等接触。当用槽车(船)运输时,禁止在容器附近抽烟或动用明火。

8.6 工作环境禁止吸烟、进食和饮水。工作毕,淋浴更衣。

附 录 A  
(规范性附录)  
次氯酸钠溶液的配制

### A.1 市售次氯酸钠溶液有效氯的测定

#### A.1.1 试剂

A.1.1.1 碘化钾溶液：100 g/L。

A.1.1.2 硫酸溶液：3+100。

A.1.1.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.1.1.4 淀粉指示液：10 g/L。

#### A.1.2 分析步骤

量取 10.00 mL 市售次氯酸钠溶液，置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。量取 10.00 mL 该溶液，置于内装 50 mL 水的 250 mL 碘量瓶中，加入 10 mL 碘化钾溶液和 10 mL 硫酸溶液，迅速盖紧瓶塞后水封，于暗处静置 5 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色，加入 2 mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失即为终点。

#### A.1.3 结果计算

有效氯以氯 (Cl) 的质量浓度  $\rho_{\text{Cl}}$  计，数值以克每升 (g/L) 表示，按公式 (A.1) 计算：

$$\rho_{\text{Cl}} = \frac{(V/1000)cM}{(V_1 \times 10/250)/1000} = \frac{25VcM}{V_1} \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

$V$ ——滴定耗用硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$V_1$ ——试液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$M$ ——氯的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M=35.45$ )。

### A.2 次氯酸钠溶液 (含有效氯为 1 g/L) 的配制

称取 1.5 g 氢氧化钠，溶解于约 50 mL 水中，加入市售次氯酸钠溶液 (A.1)，加入体积为  $(100/\rho_{\text{Cl}})$  mL，加水至 100 mL。该溶液使用时配制。

WWW.CCIC.COM

中华人民共和国  
化工行业标准  
蓄电池用硫酸

HG/T 2692—2015

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张1¼ 字数32.1千字

2015年11月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2106

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：16.00元

版权所有 违者必究