



中华人民共和国国家标准

GB/T 38279—2019

铅酸蓄电池用辅料技术规范

Technical specification of auxiliary material for lead-acid batteries

2019-12-10 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 要求 1

4 试验方法 4

5 检验规则..... 14

6 标志、包装、运输与贮存..... 14



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国电器工业协会提出。

本标准由全国铅酸蓄电池标准化技术委员会(SAC/TC 69)归口。

本标准起草单位:山东金科力电源科技有限公司、江苏海宝电池科技有限公司、安徽理士电源技术有限公司、华富(江苏)电源新技术有限公司、超威电源有限公司、天能电池集团股份有限公司、山东久力工贸集团有限公司、风帆(扬州)有限责任公司、沈阳蓄电池研究所、江西新威动力能源科技有限公司、天能集团(河南)能源科技有限公司、江苏超威电源有限公司、河北超威电源有限公司、安徽超威电源有限公司。

本标准主要起草人:邢延超、沈煜婷、董捷、朱明海、丁元军、丁伯芬、王超、李刚、陈玉松、邓继东、张森、欧阳万忠、杨桂锋、张建华、舒红群、王厚文。

铅酸蓄电池用辅料技术规范

1 范围

本标准规定了铅酸蓄电池用辅料的技术指标要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于铅酸蓄电池用的硫酸钡、木素磺酸钠、腐植酸、短纤维和炭黑等辅料,以及由多种单体辅料经复配制得的复合辅料。



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(包括其中的修改单)适用于本文件。

- GB/T 191—2008 包装储运图示标志
- GB/T 2899—2017 工业沉淀硫酸钡
- GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 19077—2016 粒度分析 激光衍射法
- HG/T 3589—1999 铅酸蓄电池用腐植酸

3 要求

3.1 硫酸钡(BaSO_4)的技术指标应符合表 1 要求。

表 1 硫酸钡(BaSO_4)的技术指标

项目		指标
外观		白色粉末
硫酸钡(以干基计) %		≥ 98.0
105 ℃挥发物 %		≤ 0.3
铁(Fe) %		≤ 0.004
氯(Cl) %		≤ 0.01
pH 值(100 g/L 悬浮液)		6.0~9.0
粒径要求 μm	D90	≤ 3.5
	D50	≤ 1.5
	D25	≤ 1.0


3.2 木素磺酸钠的技术指标应符合表 2 要求。

表 2 木素磺酸钠的技术指标

项目	指标
外观	黑色或棕色粉末
水分 %	≤ 10.0
灰分(以干基计) %	≤ 30.0
铁含量(Fe) %	≤ 0.01
铜含量(Cu) %	≤ 0.035
锰含量(Mn) %	≤ 0.005
镍含量(Ni) %	≤ 0.005

3.3 腐植酸的技术指标应符合表 3 要求。

表 3 腐植酸的技术指标

项目	指标
外观	 棕黑色或褐色粉末
腐植酸含量(以干基计) %	≥ 70.0
水分 %	≤ 15.0
灰分(以干基计) %	≤ 15.0
铁含量(Fe) %	≤ 0.1
氯(Cl) %	≤ 0.1
细度(通过 $d=0.125$ mm 筛) %	≥ 99.0

3.4 炭黑的技术指标应符合表 4 要求。

表 4 炭黑的技术指标

项目	指标
外观	黑色颗粒或粉末
水分 %	≤ 1.0
灰分(以干基计) %	≤ 0.5
铁含量(Fe) %	≤ 0.01

3.5 短纤维的技术指标应符合表 5 要求。

表 5 短纤维的技术指标

项目	指标
外观	淡黄色或白色
细度 D ^a	9 000 m 长的纤维在公定回潮率下重量的克数
长度 mm	$M^b \pm 1$
耐温性	在 100 ℃~110 ℃的烘箱中保持 2 h 不收缩
耐酸失重	短纤维在 50%硫酸中浸泡 2 h,失重 $\leq 2\%$
分散性	水中不出现抱团现象
含水率 %	≤ 20
<p>^a D,旦尼尔(Denier),简称旦。</p> <p>^b 短纤维长度用字母 M 表示,其具体值根据客户要求确定。</p>	

3.6 复合辅料的技术指标应符合表 6 要求。

表 6 复合辅料的技术指标

项目	指标
外观	黑色或灰色均匀粉末
水分 %	≤ 10.0
灰分(以干基计) %	$M1 \pm 3.0$
硫酸钡含量 %	$M2 \pm 3.0$

表 6 (续)

项目	指标
* 木素磺酸钠含量 %	$M3 \pm 3.0$
铁含量(Fe) %	≤ 0.05
铜含量(Cu) %	≤ 0.015
锰含量(Mn) %	≤ 0.005
镍含量(Ni) %	≤ 0.005
注：字母 M(1、2、3)为各项指标的理论中心值,根据不同配比供需双方协议商定。加“*”项由供需双方协定是否检测。	

4 试验方法

4.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,需要专业化验人员操作,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即送医治疗。

4.2 一般规定

除另有说明,本标准所使用的试剂均为分析纯,水应符合 GB/T 6682—2008 中三级水规格。所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

4.3 外观判别

在自然光下,用目视法判定外观。

4.4 水分的测定

4.4.1 仪器

恒温干燥箱:温度控制范围(室温~200℃)。

4.4.2 测定步骤

称取试样 2 g~5 g(精确至 0.000 1 g),置于已干燥的称量瓶中,将带样称量瓶放入预先加热至 105℃~110℃的恒温干燥箱中,干燥至恒重,取出称量瓶,放入干燥器中冷却至室温,称重。

4.4.3 计算

以质量分数表示的水分 $X_1(\%)$ 按式(1)计算。

$$X_1 = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 m_1 ——干燥后试样的质量的数值，单位为克(g)；
 m_0 ——干燥前试样的质量的数值，单位为克(g)。
取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.5 灰分的测定

4.5.1 仪器

所需仪器如下：
——实验室用瓷皿；
——高温炉：温度控制范围(室温~1 000 ℃)。

4.5.2 测定步骤

称取测定水分后的试样约 1 g(精确至 0.000 1 g)，放入已恒重的瓷皿内，轻轻振动摊平，移入不超过 100 ℃的高温炉中，在 40 min 内缓慢升温至 500 ℃并保持 30 min，继续升温至 950 ℃灼烧至恒重，取出瓷皿，放入干燥器中冷却至室温，称重。

4.5.3 计算

以质量分数表示的灰分 X_2 (%)按式(2)计算。

$$X_2 = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：
 m_1 ——灼烧后试样的质量的数值，单位为克(g)；
 m_0 ——灼烧前试样的质量的数值，单位为克(g)。
取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.6 pH 值的测定

4.6.1 方法摘要

测量浸入表面活性剂水溶液中的电极的电位差，以 pH 值表示。

4.6.2 试剂

蒸馏水：无二氧化碳。
标准缓冲溶液：从常用的标准缓冲溶液中选取两种以校准电位计，它们的 pH 值应尽可能接近试样溶液。

4.6.3 仪器、设备

电位计：最小刻度 0.1 pH 单位；玻璃电极。
磁力搅拌器；烧杯：150 mL；容量瓶：100 mL；温度计：0 ℃~100 ℃；水浴锅。

4.6.4 测定

4.6.4.1 试验条件

在测试过程中，被测溶液、标准缓冲溶液及洗涤用水温度均应调节在(20±1)℃。

4.6.4.2 电位计的校准

按仪器使用方法校准电位计。

4.6.4.3 试样溶液的制备

称取 1 g 试样,精确至 0.001 g,用去离子水溶解,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.6.4.4 pH 值的测定

将上述试液置于磁力搅拌器上搅拌 30 s,停止搅拌后插入电极,待电位计指针稳定 1 min,读数。同一试样平行测定二次。平行测定结果之差不大于 0.1 pH 单位。

4.6.4.5 试验结果的表示

取平行测定的算术平均值为测定结果,并修约至 0.1 pH,以 pH 单位表示。

4.7 粒径分布的测定

4.7.1 方法提要

按 GB/T 19077—2016 第 4 章。

4.7.2 试剂

六偏磷酸钠溶液:2 g/L。

4.7.3 仪器、设备

4.7.3.1 激光粒度测定仪,量程:0.02 μm ~2 000 μm ;精度:±1%;检测角度:0°~135°。

4.7.3.2 超声波分散仪。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 试样溶液的制备

称取约 0.1 g~0.2 g 试样,置于 100 mL 烧杯内,加入约 20 mL 六偏磷酸钠溶液,在超声波分散仪中振荡约 3 min。

4.7.4.2 测定

按仪器说明书规定的程序开启仪器,将试样放入被测器皿中,按照仪器的测定程序进行测定,其结果由计算机进行数据处理。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次测定结果均应符合仪器精度要求。

4.8 短纤维长度的测定

4.8.1 仪器

扫描电子显微镜(SEM)或电子显微镜(放大倍数在 10 倍以上)带有测距功能的显微镜。

4.8.2 测定步骤

取少量短纤维于显微镜下观察,使用显微镜自带测距功能测定纤维长度,一般测定至少 30 根短纤

维长度。

取平行测定的算术平均值为测定结果。

4.9 短纤维耐酸失重的测定

4.9.1 试剂与仪器

试剂与仪器如下：

- 硫酸：分析纯，50%溶液；
- 砂芯坩埚过滤器：G3。

4.9.2 测定步骤

准确称取 1 g~2 g(精确至 0.000 1 g)预先烘干至恒重的短纤维试样，置于预先盛有 100 mL 50% 硫酸溶液的 250 mL 烧杯中，放置 2 h，使用恒重的砂芯坩埚过滤器抽滤，用纯水洗涤至 pH=5~7 左右，取下砂芯坩埚过滤器置于 80 °C±2 °C 的烘箱中，干燥至恒重，取出砂芯坩埚过滤器放入干燥器中，冷却至室温并称重。

4.9.3 结果计算

以质量分数表示的耐酸失重 $X_3(\%)$ 按式(3)计算。

$$X_3 = \frac{m - (m_2 - m_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- m_1 ——干燥砂芯坩埚过滤器的质量的数值，单位为克(g)；
- m_2 ——干燥砂芯坩埚过滤器与抽滤后干燥短纤维的质量的数值，单位为克(g)；
- m ——抽滤前干燥的短纤维试样质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.10 短纤维分散性的测定

取约 0.1 g~0.2 g 试样，置于预先盛有 200 mL 水的 250 mL 烧杯中，搅拌 30 s 后观察，如纤维在水中不出现抱团现象，即可判定为合格。

4.11 短纤维含水率的测定

4.11.1 测定步骤

用已恒重的称量瓶称取试样 1 g~2 g (精确至 0.000 1 g)，置于烘箱中，于 100 °C~105 °C(或根据试样的性质于相应产品标准中所规定)温度下烘干至恒重，取出称量瓶，放入干燥器中冷却至室温，称重。

4.11.2 结果计算

以质量分数表示的含水率 $X_4(\%)$ 按式(4)计算。

$$X_4 = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- m_1 ——干燥后试样的质量的数值，单位为克(g)；
- m_0 ——干燥前试样的质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.12 硫酸钡含量的测定

4.12.1 方法摘要

单体硫酸钡中硫酸钡含量测定按 GB/T 2899—2017 的 5.3。

将复合辅料样品在高温下进行灰化,将获得的灼烧物与碳酸钠和碳酸钾的混合物在高温下熔融,硫酸钡转化为碳酸钡,用盐酸将碳酸钡溶解生成氯化钡,然后用重量法测定硫酸钡的含量。

4.12.2 仪器与试剂

仪器与试剂如下:

- 铂金坩埚;
- 高温炉:温度控制范围(室温~1 000 ℃);
- 无水碳酸钠:分析纯;
- 无水碳酸钠溶液:2 g/L;
- 无水碳酸钾:分析纯;
- 盐酸溶液:1+4;
- 硫酸溶液:1+9;
- 甲基橙指示剂:1 g/L。

4.12.3 测定步骤

称取约 1 g(精确至 0.000 1 g)辅料于铂金坩埚中,在高温炉内 500 ℃进行灰化处理。灰化后加入 8 g 碳酸钠—碳酸钾(质量比 1:1)混合物,盖上盖子,将坩埚置于高温炉内,于 800 ℃左右熔融 40 min,取出冷却。

在 250 mL 烧杯内用 100 mL~150 mL 热水浸取熔融物,用包橡皮头的玻璃棒将全部白色熔融物转移至烧杯中。加热煮沸至熔融物松散,静置片刻。用慢速定量滤纸先将上层清液过滤,然后以热的无水碳酸钠溶液用倾析法洗涤不溶物,并将不溶物转移至滤纸上继续反复清洗至无硫酸根为止(检测方法:取 2 mL 滤液,加 2 滴盐酸溶液和 0.5 mL 氯化钡溶液,10 min 后溶液保持透明),弃去滤液。

用 30 mL 热的盐酸溶液分六次加到漏斗内溶解沉淀,迅速将表面皿盖在漏斗上。滤液收集在 500 mL 烧杯中,每次加盐酸溶液用热水洗涤一次,盐酸溶液全部加完后,用热水洗涤表面皿及漏斗上的滤纸至无氯离子存在。加 2 滴~3 滴甲基橙指示剂于滤液中,用氨水中和恰至成淡黄色,加 2 mL 盐酸溶液,最后加水调整溶液体积约为 400 mL。

将溶液加热沸腾,在搅拌下匀速加入 20 mL 热硫酸,控制在 2 min~3 min 内加完,盖上表面皿,把烧杯放在水浴中保持 2 h 或室温放置 12 h 以上,用慢速定量滤纸过滤,沉淀以热水洗涤至滤液无氯离子存在。将沉淀连同滤纸置于以灼烧至恒重的瓷坩埚内,干燥、灰化,并在高温炉内于 600 ℃灼烧至质量恒定,即为硫酸钡的含量。

4.12.4 计算

以质量分数表示的硫酸钡含量 $X_5(\%)$ 按式(5)计算。

$$X_5 = \frac{m_1}{0.98m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——检测出的硫酸钡的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——处理前试样的质量的数值,单位为克(g);

0.98 ——原料硫酸钡中硫酸钡含量的系数。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.13 木素磺酸钠含量的测定

4.13.1 方法一

4.13.1.1 方法摘要

利用木素磺酸钠水溶液吸光度值与其含量二者的线性关系,对木素磺酸钠的含量进行测定。

4.13.1.2 仪器

仪器如下:

——紫外可见光分光光度计;



——循环水式多用真空泵;

——砂芯抽滤装置:G3、微孔滤膜(0.22 μm , $\phi 50$)。

4.13.1.3 测定步骤

测试步骤如下:

a) 标准曲线的绘制:

- 1) 辅料标准参考样的制备:按照辅料配方,精确称取辅料各个组分(共约 1 g)于烧杯中;
- 2) 向辅料标准参考样中准确加入 100 mL 去离子水,使用玻璃棒搅拌约 5 min,静置约 30 min 使木素磺酸钠完全溶解;
- 3) 将步骤 2)中溶解好的溶液,使用 G3 砂芯抽滤装置与滤膜($\phi 50$)进行抽滤获取滤液;
- 4) 将步骤 3)中的滤液稀释,配置成浓度为 5 $\mu\text{g/mL}$ 、15 $\mu\text{g/mL}$ 、25 $\mu\text{g/mL}$ 、35 $\mu\text{g/mL}$ 、45 $\mu\text{g/mL}$ 一系列的标准溶液,做好标识,用去离子水定容,摇匀待检测;
- 5) 分光光度计开机预热 30 min 以上,以去离子水为空白参比,室温条件下在 280 nm 波长测得标准溶液吸光度;
- 6) 根据分光光度计检测值,建立工作曲线。

b) 待测样品的处理与检测:

- 1) 使用分析天平准确称取 1 g(精确至 0.000 1 g)复合辅料样品于烧杯中,加入 100 mL 去离子水,使用玻璃棒搅拌约 5 min,静置约 30 min 后,使用砂芯抽滤装置抽滤,获取滤液;
- 2) 准确移取步骤 1)中的溶液稀释 100 倍,做好标识,摇匀待检测;
- 3) 分光光度计开机预热 0.5 h 以上,以去离子水为参比,在室温条件下在 280 nm 波长测得待测溶液吸光度。

c) 计算:

利用标准溶液建立的工作曲线,计算出待测溶液中木素磺酸钠的含量 X_6 (%)按式(6)计算。

$$X_6 = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m ——木素磺酸钠的计算质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——溶解前试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.13.2 方法二

4.13.2.1 方法摘要

利用去离子水从已知样品中提取木素磺酸钠,再在强酸性溶液中,利用重铬酸钾将木素磺酸钠中的碳氧化成二氧化碳,根据空白滴定量减待测样硫酸亚铁铵消耗量和木素磺酸钠含碳量成正比这一线性关系,计算出待测样品中木素磺酸钠的含量。

4.13.2.2 仪器与试剂

仪器与试剂如下:

- 酸式滴定管:50 mL;
- 循环水式多用真空泵;
- 砂芯抽滤装置:G3、微孔滤膜(0.22 μm,φ50);
- 重铬酸钾溶液(氧化用):0.8 mol/L。称取 40 g 重铬酸钾溶于 1 000 mL 水中,贮存于细口棕色瓶中待用;
- 硫酸亚铁铵滴定溶液: $c(\text{Fe}^{2+})=0.1 \text{ mol/L}$,称取 40 g 六水硫酸亚铁铵溶于适量的水中,加入 20 mL 硫酸,用水稀释至 1 000 mL,摇匀,装入棕色瓶中,放入两条洁净的铝片,可保持溶液浓度长期稳定;
- 邻菲罗啉指示剂:称取 1.5 g 邻菲罗啉和 1 g 硫酸亚铁于 100 mL 水中,保存于棕色瓶中;
- 浓硫酸:分析纯。

4.13.2.3 测定步骤

测定步骤如下:

- a) 溶解:使用分析天平准确称取 1.000 0 g(具体可根据配方调整)复合辅料样品于 250 mL 烧杯瓶中,加入 100 mL 去离子水,搅拌约 5 min,静置约 30 min,使木素磺酸钠完全溶解,溶液达到稳定;
- b) 过滤:将溶液经过砂芯抽滤装置抽滤,获取足量滤液,待检测;
- c) 氧化:准确吸取上述待测液 5 mL 于 250 mL 锥形瓶中,空白取同样 5 mL 去离子水,准确加入重铬酸钾溶液(0.8 mol/L)5 mL,缓慢加入浓硫酸 15 mL,于沸水浴中加热氧化 30 min;
- d) 滴定:将氧化后的溶液从水浴上取下,冷却至室温,加入 70 mL 水,再加入 3 滴邻菲罗啉指示剂,用硫酸亚铁铵溶液滴定,溶液由橙色经绿色转变为砖红色为终点,记待测样硫酸亚铁铵消耗体积 V_1 ,记空白硫酸亚铁铵消耗体积 V_0 ;
- e) 标样:标准样品根据配方配比,分别准确称取单体材料于 250 mL 烧杯瓶中,加入 100 mL 去离子水,搅拌约 5 min,静置约 30 min,使木素磺酸钠完全溶解。以下处理方式按照步骤 b)~d) 进行操作,记标准样硫酸亚铁铵消耗体积 V_2 。

4.13.2.4 计算

待测溶液中木素磺酸钠的含量 $X_7(\%)$ 按式(7)计算。

$$X_7 = \frac{(V_0 - V_1)m_1}{(V_0 - V_2)m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m_1 ——木素磺酸钠的标准质量的数值,单位为克(g);

m ——溶解前待测样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.14 腐植酸含量的测定

按照 HG/T 3589—1999 中 4.1 测定。

4.15 铁、铜、锰、镍含量的测定

4.15.1 方法摘要

将试样按照要求溶解处理,经过滤、稀释后用原子吸收分光光度计测定。

4.15.2 仪器和操作条件

仪器和操作条件如下:

- 原子吸收分光光度计;
- 空心阴极灯(室温 \sim 1 000 $^{\circ}\text{C}$);
- 测定波长:铁 248.3 nm、铜 324.7 nm、锰 279.5 nm、镍 232.2 nm。

4.15.3 试剂和溶液

试剂和溶液如下:

- 铁标准溶液:0.02 mg/mL;
- 铜标准溶液:0.01 mg/mL;
- 锰标准溶液:0.01 mg/mL;
- 镍标准溶液:0.01 mg/mL;
- 盐酸溶液:1+1;
- 浓硝酸;
- 双氧水:30%。

4.15.4 标准曲线的绘制

分别用移液管准确移取 0 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL、25 mL 的标准溶液至 100 mL 容量瓶中,加去离子水稀释至刻度,放置 15 min 后,以去离子水做参比,用原子吸收分光光度计测定吸光度。以金属离子的浓度($\mu\text{g/mL}$)为纵坐标,对应的吸光度为横坐标绘制标准曲线。

4.15.5 测定步骤

4.15.5.1 待测样品前处理

待测样品前处理步骤:

- a) 硫酸钡:称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水、10 mL(1+1)盐酸溶液,在搅拌下煮沸 10 min,冷却。过滤后,将滤液全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。弃去初始的 20 mL 滤液,保留剩余滤液,待测。
- b) 木素磺酸钠:称取 0.25 g(精确至 0.000 1 g)试样于 50 mL 玻璃离心管中,加入 5 mL 浓硝酸,再加入 2 mL 双氧水(30%),沸水浴 90 min,将溶液过滤至 50 mL 容量瓶中,冷却后定容至刻度,摇匀待测。
- c) 炭黑:称取 1 g(精确至 0.000 1 g)试样,放入 250 mL 烧杯中,加入 20 mL(1+1)盐酸溶液,浸泡 5 min 后加入 30 mL 去离子水,放在电加热炉上微沸 15 min,冷却后过滤,定容到 100 mL 容量瓶中,摇匀待测。

- d) 腐植酸:称取试样约 1 g(精确至 0.000 1 g),放入瓷坩埚中,轻轻振动摊平,移入不超过 100 ℃ 的高温炉中,在 30 min 内缓慢升温至 500 ℃ 并保持 30 min,继续升温至 950 ℃ 灼烧 60 min,取出坩埚稍冷,加入 10 mL 盐酸溶液,在电热板上加热 3 min,用水转移至 250 mL 烧杯中,加入 80 mL 去离子水、10 mL 盐酸溶液,搅拌,放在电热板上,保持微沸 20 min,取下,用去离子水洗涤杯壁,稍冷,用中速定量滤纸过滤至 100 mL 容量瓶中,并用热水洗涤,冷却后,摇匀并稀释至刻度,待测。
- e) 复合辅料:称取试样约 1 g(精确至 0.000 1 g),放入铂金坩埚中,轻轻振动摊平,移入不超过 100 ℃ 的高温炉中,在 30 min 内缓慢升温至 500 ℃ 并保持 30 min,继续升温至 950 ℃ 灼烧 60 min。取出坩埚稍冷,用约 50 mL 热的去离子水将灰化好的样品转移至 250 mL 烧杯中,再向烧杯中加入 20 mL 盐酸溶液,搅拌后放在电热板上,保持微沸 15 min,取下,用去离子水洗涤杯壁,稍冷,用中速定量滤纸过滤至 100 mL 容量瓶中,并用热的去离子水冲洗滤纸,冷却后,摇匀并稀释至刻度,待测。

4.15.5.2 测定

选择不同的金属离子灯及波长,用原子吸收分光光度计测定其浓度和吸光度。

4.15.6 数据处理

铁、铜、锰、镍的质量分数 $X_s(\%)$ 按式(8)计算。

$$X_s = \frac{(c \times V) / 1\,000}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

c ——仪器显示的对应金属离子浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——待测液容量瓶体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.16 氯含量的测定

4.16.1 试剂

4.16.1.1 硝酸溶液:1+1。

4.16.1.2 硝酸银溶液:2%。

4.16.1.3 氯标准溶液:0.1 mg/mL。称取 0.164 8 g 氯化钠基准试剂(预先在 400 ℃ ~ 500 ℃ 灼烧 45 min)加少量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此液为 0.1 mg/mL。

4.16.1.4 氯标准溶液:0.01 mg/mL。稀释 10 倍 4.16.1.3 中的溶液即得 0.01 mg/mL 氯标准溶液。

4.16.2 分析步骤

4.16.2.1 试样的处理

称取试样 2 g 于 250 mL 磨口锥形瓶中,精确至 0.000 1 g,加入 100 mL 硝酸溶液(1+1),水浴中在 85 ℃ \pm 2 ℃ 下保持 1 h,然后用中速定量滤纸过滤至 250 mL 容量瓶中稀释至刻度。

4.16.2.2 测定

吸取 10 mL 待测液置于 50 mL 的比色管中,加入 1+1 硝酸溶液 1 mL,2% AgNO_3 溶液 2 mL,稀释至 50 mL,摇匀,同时做标准色阶,于 50 mL 比色管中分别滴加于 1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL

0.01 mg/mL 氯标准溶液,1+1 的硝酸溶液 1 mL,2% AgNO₃ 溶液 2 mL,稀释至 50 mL,摇匀,于暗处放置 10 min 之后,与标准色阶进行比色操作。

4.16.3 数据处理

以质量分数表示的氯(Cl)含量 X_9 (%)按式(9)计算。

$$X_9 = \frac{cVV_1}{mV_2 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

- c ——氯标准溶液的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V ——与试样浑浊度相当的比色管中加入的氯标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_1 ——试样体积的数值,单位为毫升(mL), $V_1=250$ mL;
- V_2 ——吸取试液体积的数值,单位为毫升(mL), $V_2=10$ mL;
- m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.17 105 °C 挥发物的测定

4.17.1 仪器

- 4.17.1.1 称量瓶:扁形。
- 4.17.1.2 烘箱:能维持在 105 °C ± 2 °C。
- 4.17.1.3 天平:精确到 1 mg 或有更高的精确度。
- 4.17.1.4 干燥器:内装有效干燥剂。

4.17.2 试验步骤

4.17.2.1 制样

进行两份样品的平行测定。
打开称量瓶的盖子,放在 105 °C ± 2 °C 烘箱中加热 2 h,放入干燥器中冷却,盖上盖子,称量准确到 1 mg。
在称量瓶的底部均匀地铺放 10 g ± 1 g 的样品,盖上盖子,称量准确到 1 mg。

4.17.2.2 测定

打开盖子,将带样的称量瓶在 105 °C ± 2 °C 烘箱中,至少加热 1 h。在干燥器中冷却。盖上盖子,称量准确至 1 mg。再次加热至少 30 min,在干燥器中冷却。盖上盖子,再称量,准确到 1 mg。重复操作直至连续两次称量的差值不超过 5 mg。记录较低的称量值。
如果两份样品测定差值超过较高值的 10%,则需要重复整个操作。

4.17.3 结果计算

挥发物质量分数 X_{10} (%)按式(10)计算。

$$X_{10} = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

- m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——残余物质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5 检验规则

5.1 出厂检验

产品应由生产公司质检部门逐批检验合格并附产品质量说明书后方可出厂。证明书内容应包括：生产单位、产品名称、生产日期或批号、型号、检验日期、检验人和检验结果等。出厂检验项目为本标准规定的全部项目。

5.2 组批取样

以一次交货的产品为一批。按照 GB/T 6679—2003 的规定取样。每批样品取样总量应不少于 200 g，混匀后分装于两个清洁、干燥的试剂袋中，密封贴上标签，注明：产品名称、型号、生产日期或批号、取样日期和取样人等。一袋用作检验，一袋留样。

5.3 判定

检验结果全部符合本标准要求时判定为合格。检验结果中若有指标不符合本标准要求时，应重新从两倍量的包装中取样复检。复检结果全部符合本标准要求时，判定为合格；复检结果中仍有指标不符合本标准要求时，则判该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输与贮存

6.1 标志

产品外包装上应有清晰、牢固的标志，内容包括：制造者和地址、产品名称、注册商标、型号、生产日期或批号、本标准编号、净含量以及 GB/T 191—2008 中要求的“怕雨”“怕晒”等标志。

6.2 包装

产品包装采用生产商统一制式包装，也可以根据客户要求采用指定包装形式。

6.3 运输

产品在运输过程中应遮盖物，轻装轻卸，防止包装破损，防雨、防潮、防晒。

6.4 贮存

产品应贮存于通风干燥的库房内，并需下垫垫层，避免受潮，不应靠近火源、热源、避免阳光直射。其中短纤维要求在常温、常湿条件下保存，存储时间不超过 6 个月，其他产品在符合本标准贮存运输条件下，从生产日期起，保质期为 1 年，逾期检验合格仍可继续使用。

