

ICS 65.080  
备案号: 2776—1999

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3589—1999

---

### 铅酸蓄电池用腐植酸

Humic acid for lead-acid storage battery use

1999-04-20 发布

2000-04-01 实施

---

国家石油和化学工业局 发布

## 前 言

本标准是根据国内外有关资料,结合我国的实际情况而制定的,从而为我国铅酸蓄电池用腐植酸提供了统一的技术依据。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:化学工业部上海化工研究院、福建省惠安腐植酸厂。

本标准主要起草人:李良君、朱涛、董学胜、张贤德、庄庆仁、柳玉琴、成绍鑫。

本标准是首次发布。

## 1 范围

本标准规定了铅酸蓄电池用腐植酸的要求、试验方法、检验规则及包装、标识、贮存和运输。

本标准适用于以泥煤、褐煤、风化煤为原料生产的用作铅酸蓄电池阴极膨胀剂的腐植酸。

## 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

## 3 要求

3.1 外观:棕黑色或褐色粉末。

3.2 铅酸蓄电池用腐植酸应符合表1的要求。

表1 铅酸蓄电池用腐植酸要求

项 目	指 标
腐植酸(HA)含量(以干基计),%	≥ 70
水分(H <sub>2</sub> O),%	≤ 10.0
灰分(以干基计),%	≤ 15.0
碱不溶物(以干基计),%	≤ 7.0
铁(Fe)含量,%	≤ 0.10
氯(Cl)含量,%	≤ 0.10
硝酸根(NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )含量	试验合格
细度(通过 $d=0.125\text{mm}$ 筛),%	≥ 99

## 4 试验方法

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 中三级水规格。所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

### 4.1 腐植酸含量的测定

## 4.1.1 残渣法(仲裁法)

## 4.1.1.1 方法提要

用碱溶解腐植酸,根据不溶物的量计算腐植酸含量,并以无机盐加以校正。

## 4.1.1.2 试剂和溶液

氢氧化钠溶液:10 g/L。

## 4.1.1.3 仪器、设备

通常实验室仪器和:

4.1.1.3.1 恒温干燥箱:温度控制范围(室温~200℃,波动±2℃);

4.1.1.3.2 离心机:最低转速为2 000 r/min,离心杯容积大于150 mL;

4.1.1.3.3 恒温水浴:温度控制范围(室温~100℃);

4.1.1.3.4 箱式电阻炉:温度控制范围(室温~1 000℃);

4.1.1.3.5 定量滤纸(慢速);

4.1.1.3.6 扁形磨口玻璃称量瓶:φ50 mm×30 mm。

## 4.1.1.4 分析步骤

## 4.1.1.4.1 试料

称取约0.2 g试料(称准至0.000 2 g)。

## 4.1.1.4.2 溶解、离心

将试料放入250 mL锥形瓶中,加入100 mL氢氧化钠溶液(4.1.1.2.1),于瓶口插一小玻璃漏斗,在沸水浴中加热1 h,每隔20 min摇动一次,冷却至室温,然后将物料转入离心杯中,以2 000 r/min转速离心30 min,将上层清液倾析,用200 mL水分两次洗涤不溶物,每次洗涤之后离心、分离,得到不溶物。

## 4.1.1.4.3 过滤、干燥

将定量滤纸和称量瓶在105~110℃干燥箱中干燥至恒重,将上述不溶物全部转移到滤纸上过滤,并水洗至滤液呈中性,不溶物与滤纸一同放入称量瓶中,在105~110℃下干燥2 h,取出称量瓶并加盖,先在空气中冷却2~3 min,然后放入干燥器中冷却至室温(约20 min),称量,反复干燥、冷却和称量,直至连续两次称量的差值≤0.001 0 g,计算不溶物的质量( $m_1$ )。

## 4.1.1.4.4 灰化

将上述不溶物( $m_1$ )连同滤纸一起转入已于(600±20)℃恒重过的坩埚中,置于箱式电阻炉中。炉门留有15~20 mm缝隙。从室温升至250~300℃缓慢灰化,灰化完毕,关闭炉门,在(820±20)℃下灼烧1 h。取出后在空气中冷却5 min,再放入干燥器中冷却至室温(约20 min),称量,求出不溶物 $m_1$ 的灼烧残渣质量 $m_2$ 。

## 4.1.1.5 分析结果的表述

以质量百分数(%)表示的腐植酸含量(以干基计) $X_1$ 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m - (m_1 - m_2)}{m \frac{100 - X_3}{100}} \times 100 - X_3 - X_4 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: $m$ ——试料的质量,g;

$m_1$ ——不溶物的质量,g;

$m_2$ ——不溶物灼烧残渣的质量,g;

$X_3$ ——试料中的水分,%;

$X_4$ ——试料的灰分,%。

## 4.1.1.6 允许差

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不大于 3.0%；不同实验室测定结果的绝对差值不大于 4.0%。

## 4.1.2 容量法

### 4.1.2.1 方法提要

用碱溶解腐植酸，在浓硫酸溶液中，用重铬酸钾将腐植酸中的碳氧化成二氧化碳，根据重铬酸钾消耗量和腐植酸的碳系数计算腐植酸的含量。

### 4.1.2.2 试剂和溶液

#### 4.1.2.2.1 硫酸(98%)。

#### 4.1.2.2.2 基准重铬酸钾。

#### 4.1.2.2.3 氢氧化钠溶液:10 g/L。

#### 4.1.2.2.4 重铬酸钾标准溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1000 \text{ mol/L}$ 。

将基准重铬酸钾于 130℃ 烘 3 h，在干燥器中冷却至室温，称取 4.9036 g 于烧杯中，加水溶解，然后转移至 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

#### 4.1.2.2.5 重铬酸钾溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.8 \text{ mol/L}$ 。

称取 40 g 重铬酸钾溶于 1000 mL 水中，贮存于细口瓶中待用。

#### 4.1.2.2.6 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c(Fe^{2+})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

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 1000 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，避免经常标定。溶液的浓度按下述方法标定：

准确吸取  $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1000 \text{ mol/L}$  重铬酸钾标准溶液 25.0 mL 于 250 mL 锥形瓶中，加入 70~80 mL 水和 10 mL 硫酸，冷却后加 3 滴邻菲罗啉指示剂，用待标定的硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，直至溶液变为砖红色即为终点。

以 mol/L 表示的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度  $c(Fe^{2+})$  按式(2)计算：

$$c(Fe^{2+}) = \frac{25}{V} \times 0.1000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：V——滴定时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积，mL。

### 4.1.2.2.7 邻菲罗啉指示剂。

称取 1.5 g 邻菲罗啉和 1 g 硫酸亚铁铵于 100 mL 水中，保存于棕色瓶中。

## 4.1.2.3 分析步骤

### 4.1.2.3.1 试料

称取  $(0.2 \pm 0.01) \text{ g}$  试料(称准至 0.0002 g)。

### 4.1.2.3.2 溶解

将试料放入 250 mL 锥形瓶中，加入 70 mL 氢氧化钠溶液(4.1.2.2.3)，于瓶口插上小玻璃漏斗；置于沸水浴中加热溶解 30 min，并经常摇动，取出锥形瓶，冷却后将溶液及残渣全部转入 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，用中速滤纸干过滤，弃去最初部分滤液。

### 4.1.2.3.3 氧化

准确移取干过滤液 5.0 mL 于 250 mL 锥形瓶中，加入 0.8 mol/L 重铬酸钾溶液(4.1.2.2.5)5.0 mL，缓慢加入硫酸 15 mL，于沸水浴中加热氧化 30 min。

### 4.1.2.3.4 滴定

将氧化后的溶液从水浴上取下，冷却至室温，加入约 70 mL 水，3 滴邻菲罗啉指示剂，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，溶液由橙色经绿色转变为砖红色为终点。

### 4.1.2.3.5 空白试验

除不加试料外，按照上述步骤进行空白试验。

## 4.1.2.4 分析结果的表述

以质量百分数(%)表示的腐植酸含量  $X_2$ (以干基计)按式(3)计算：

$$X_2 = \frac{0.003(V_0 - V_1)c(\text{Fe}^{2+})}{Km \frac{(100 - X_3)}{100}} \times \frac{V_2}{V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $V_0$ ——滴定空白所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, mL;

$V_1$ ——滴定试料所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, mL;

$c(\text{Fe}^{2+})$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度, mol/L;

0.003——与 1.00 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液  $c(\text{Fe}^{2+}) = 1.000 \text{ mol/L}$  相当的以克表示的碳的质量;

$K$ ——不同煤种的纯腐植酸碳系数(风化煤腐植酸 0.64, 褐煤腐植酸 0.58, 泥煤腐植酸 0.51);

$V_2$ ——试液的总体积, mL;

$V_3$ ——测定时所取试液的体积, mL;

$m$ ——试料的质量, g;

$X_3$ ——试料中的水分, %。

#### 4.1.2.5 允许差

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不大于 3.0%; 不同实验室测定结果的绝对差值不大于 4.0%。

### 4.2 水分的测定

#### 4.2.1 方法提要

试料在 105~110℃ 干燥箱中干燥至恒重, 失重占试料的质量百分数作为水分。

#### 4.2.2 仪器、设备

通常的实验室仪器和:

##### 4.2.2.1 恒温干燥箱: 温度控制范围(室温~200℃, 波动±2℃);

##### 4.2.2.2 扁形磨口玻璃称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

#### 4.2.3 分析步骤

用预先干燥并恒重的称量瓶, 称取分析试料约 1 g(称准至 0.001 g), 然后把盖开启, 将称量瓶放入预先加热到 105~110℃ 的干燥箱中。干燥 90 min 后, 从干燥箱中取出称量瓶, 在空气中冷却 2~3 min 后, 放入干燥器中冷却到室温(约 20 min), 称量, 然后重复干燥, 每次 30 min, 直到试样的质量( $m_3$ )变化小于 0.001 0 g 或质量开始增加时为止。在后一种情况下, 要采用增重前一次质量作为计算依据。

#### 4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数(%)表示的腐植酸中的水分  $X_3$  按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{m - m_3}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:  $m_3$ ——干燥后试料的质量, g;

$m$ ——试料的质量, g。

#### 4.2.5 允许差

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不大于 0.30%; 不同实验室测定的绝对差值不大于 0.40%。

### 4.3 灰分的测定

#### 4.3.1 方法提要

试料在 800~830℃ 下灼烧, 残留物占试料的质量百分数作为灰分。

#### 4.3.2 仪器、设备

通常的实验室仪器和:

##### 4.3.2.1 长方形瓷皿: 底边长 45~55 mm, 宽 20~22 mm, 高 14~16 mm。

## 4.3.2.2 箱式电阻炉:温度控制范围(室温~1 000℃)。

## 4.3.3 分析步骤

称取分析试料约 1 g(称准至 0.001 g),放入已恒重过长方形瓷皿内,轻轻振动摊平,移入不超过 100℃的箱式电阻炉中,在 30 min 内缓慢升温至 500℃并保持 30 min,继续升温至 800~830℃后,再灼烧 45 min。取出后先在空气中冷却 5 min,然后放入干燥器中冷却到室温(约需 20 min),称量得到  $m_4$ 。

## 4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数(%)表示的腐植酸中灰分  $X_4$ (以干基计)按式(5)计算:

$$X_4 = \frac{m_4}{m \left( \frac{100 - X_3}{100} \right)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: $m_4$ ——灼烧残渣的质量,g;

$m$ ——试料的质量,g;

$X_3$ ——试料中水分,%。

## 4.3.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

平行测定结果绝对差值不大于 0.20%;不同实验室测定结果绝对差值不大于 0.30%。

## 4.4 碱不溶物含量的测定

## 4.4.1 方法提要

试料用氢氧化钠溶液溶解,经离心分离后得到碱不溶物。

## 4.4.2 试剂和溶液

同 4.1.1.2。

## 4.4.3 仪器、设备

同 4.1.1.3。

## 4.4.4 分析步骤

## 4.4.4.1 试料

同 4.1.1.4.1。

## 4.4.4.2 溶解、离心

同 4.1.1.4.2。

## 4.4.4.3 过滤、干燥

同 4.1.1.4.3。

## 4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数(%)表示的腐植酸中碱不溶物含量  $X_5$ (以干基计)按式(6)计算:

$$X_5 = \frac{m_1}{m \left( \frac{100 - X_3}{100} \right)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中: $m_1$ ——碱不溶物的质量,g;

$m$ ——试料的质量,g;

$X_3$ ——试料中的水分,%。

## 4.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

平行测定结果绝对差值不大于 1.0%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于 1.5%。

## 4.5 铁含量测定

## 4.5.1 方法提要

试料灰化后,经碱熔融后盐酸浸取,用抗坏血酸将试液中三价铁离子还原成二价铁,在  $\text{pH}=2\sim 9$

时(本标准选择  $\text{pH}=4\sim 6$ )二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色配合物,于分光光度计最大吸收波长 510 nm 处测量其吸光度。

#### 4.5.2 试剂和溶液

##### 4.5.2.1 盐酸。

##### 4.5.2.2 硫酸。

##### 4.5.2.3 氢氧化钠。

##### 4.5.2.4 硫酸铁铵。

##### 4.5.2.5 盐酸溶液:1+1。

##### 4.5.2.6 氨水溶液:1+3。

##### 4.5.2.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: $\text{pH}\approx 4.5$ (按 GB 603 配制)。

##### 4.5.2.8 抗坏血酸溶液:称取 2 g 抗坏血酸,溶于 100 mL 水中,该溶液使用期限为 10 天。

##### 4.5.2.9 铁标准溶液 I:1 mL 含有 0.100 mg 铁。

称取 0.863 g 硫酸铁铵(4.5.2.4)(称准至 0.001 g),置于 200 mL 烧杯中,加 100 mL 水、10 mL 硫酸溶解后,全部转移到 1 000 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### 4.5.2.10 铁标准溶液 II:1 mL 含有 0.010 mg 铁。

移取 50.0 mL 铁标准溶液 I (4.5.2.9)置于 500 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用时现配。

##### 4.5.2.11 邻菲罗啉指示剂:2 g/L,该溶液应避光保存,仅能使用无色溶液。

#### 4.5.3 仪器、设备

通常实验室仪器和:

##### 4.5.3.1 分光光度计:带有 1 cm 的吸收池;

##### 4.5.3.2 箱式电阻炉:温度控制范围(室温~1 000℃);

##### 4.5.3.3 镍坩埚。

#### 4.5.4 分析步骤

##### 4.5.4.1 试液的制备

称取约 2 g(称准至 0.001 g)的试料置于镍坩埚中,轻轻振动摊平,移入不超过 100℃的箱式电阻炉中,在 30 min 内缓慢升温至 500℃,并保持 20 min,继续升温到 810℃左右保持 20 min,取出后冷却至室温。用几滴乙醇润湿,加氢氧化钠 2g,盖上盖,再放入箱式电阻炉中,由室温缓慢升温至 700℃后熔融 15min。取出坩埚,稍冷,立即放入已加入 100 mL 开水的 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,待剧烈反应停止后,以少量盐酸溶液(4.5.2.5)洗表面皿、坩埚及坩埚盖,再用去离子水冲洗器皿,在不断搅拌下,迅速加入 20 mL 盐酸溶液(4.5.2.5),搅匀。在电炉上煮沸 1 min,冷却后将溶液移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,弃去最初几毫升溶液。

##### 4.5.4.2 标准曲线的绘制

于一系列 10 mL 量瓶中,分别用滴定管准确加入 2.0、5.0、10.0、15.0、20.0、30.0 mL 铁标准溶液(4.5.2.10),加水至约 50 mL,用盐酸溶液(4.5.2.5)或氨水溶液(4.5.2.6)调节 pH 值约为 2,用精密 pH 试纸检验 pH,加 2.5 mL 抗坏血酸溶液(4.5.2.8)、10 mL 缓冲溶液(4.5.2.7)、5 mL 邻菲罗啉溶液(4.5.2.11),用水稀释到刻度,摇匀。显色 15 min 后测定。

用 1 cm 吸收池,于 510 nm 处,以水为参比,用分光光度计测定每个标准比色液的吸光度。以铁含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

##### 4.5.4.3 测定步骤

用移液管移取 10.0 mL 试样溶液(4.5.4.1)于 100 mL 量瓶中,加水至 60 mL,用盐酸溶液(4.5.2.5)或氨水溶液(4.5.2.6)调节 pH 约为 2,用精密 pH 试纸检验 pH。按(4.5.4.2)所述“加 2.5 mL 抗坏血酸(4.5.2.8)溶液……”开始进行操作。



显色后的溶液按 4.5.4.2 测定标准比色液吸光度的相同条件,测定溶液的吸光度,并从标准曲线(4.5.4.2)查出与所测吸光度对应的铁含量  $m_5(\mu\text{g})$ 。

#### 4.5.5 分析结果的表述

以质量百分数(%)表示的腐植酸中铁含量  $X_5$  按式(7)计算:

$$X_5 = \frac{25m_5}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:  $m_5$ ——所移取试液中的铁质量,  $\mu\text{g}$ ;

$m$ ——试料的质量,  $\text{g}$ 。

#### 4.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.010%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.020%。

### 4.6 氯含量的测定

#### 4.6.1 方法提要

试料和爱斯卡混合剂混合,经灼烧,以除去可燃物,并将氯转化为氯化物。用沸水浸取,调整酸度后,加入过量的硝酸银溶液,以硫酸铁铵作指示液,用硫氰酸钾溶液滴定,计算氯离子的含量。

#### 4.6.2 试剂和溶液

##### 4.6.2.1 硝酸。

##### 4.6.2.2 正己醇。

##### 4.6.2.3 硝基苯。

##### 4.6.2.4 爱斯卡混合剂:以二份重的氧化镁及一份重的无水碳酸钠研细至小于 0.2 mm,混匀。

##### 4.6.2.5 硝酸银溶液:10 g/L。

称取 1 g 硝酸银,溶于 100 mL 水中,并加入 2~3 mL 硝酸,混匀,置于棕色瓶中。

##### 4.6.2.6 饱和硫酸铁铵溶液。

称取硫酸铁铵 125 g,溶于 100 mL 水中,溶液呈褐色,加入适量的浓硝酸除去褐色。

##### 4.6.2.7 硫氰酸钾标准滴定溶液: $c(\text{KSCN})=0.025 \text{ mol/L}$ 。

称取 2.5 g 硫氰酸钾溶于水,再转入 1 000 mL 量瓶中,稀释到刻度,混匀。

用移液管准确移取 10.0 mL 硝酸银标准溶液(4.6.2.9),加入 50 mL 水,3 mL 硝酸及 1 mL 饱和硫酸铁铵溶液作指示液,用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定到溶液由乳白色变为浅橙-粉红色,即为终点,记下硫氰酸钾标准滴定溶液的用量,即可计算硫氰酸钾标准滴定溶液的浓度。

##### 4.6.2.8 氯化钠标准溶液。

准确称取预先在 500~600℃灼烧 1 h 的氯化钠 0.329 8 g,溶于少量水中,再转入 2 000 mL 量瓶中,稀释到刻度(此溶液 1 mL 相当于 0.1 mg 氯)。

##### 4.6.2.9 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.025 \text{ mol/L}$ 。

准确称取预先在 110℃干燥 1 h 的硝酸银 4.247 2 g,溶于少量水中,再转入 1 000 mL 棕色量瓶中,稀释到刻度,混匀。

##### 4.6.2.10 酚酞指示剂:10 g/L(按 GB 603 配制)。

#### 4.6.3 仪器、设备

##### 4.6.3.1 箱式电阻炉:温度控制范围(室温~1 000℃);

##### 4.6.3.2 瓷坩埚:容量 30~50 mL;

##### 4.6.3.3 微量滴定管:10 mL;

##### 4.6.3.4 磁力搅拌器;

##### 4.6.3.5 单标记吸管:5 mL 和 10 mL。

#### 4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 称取试料约 1 g(称准至 0.001 g),放入内盛 3 g(称准至 0.1 g)爱斯卡混合剂(4.6.2.4)的坩锅中,仔细混匀,再用 2 g(称准至 0.1 g)爱斯卡混合剂(4.6.2.4)覆盖,将坩锅送入 $(680 \pm 20)^\circ\text{C}$ 的箱式电阻炉内,在该温度下加热 2~2.5 h。

4.6.4.2 将坩锅从炉中取出冷却到室温,坩锅中的灼烧物转入 250 mL 烧杯中,用 50~60 mL 热水冲洗坩锅内壁,将冲洗液加入烧杯中。

4.6.4.3 用倾泻法以定性滤纸过滤,用热水冲洗残渣 1~2 次,然后将残渣移入漏斗中,再用热水仔细冲洗滤纸和残渣,洗至无氯离子为止(用 10 g/L 硝酸银溶液检验),所有滤液收集到另一个烧杯中,溶液总体积约为 110 mL。

4.6.4.4 在滤液中加入 1 滴酚酞指示液,用硝酸调至红色消失,再过量 5 mL,用单标记吸管准确加入 5.0 mL 氯化钠标准溶液(4.6.2.8)及 10.0 mL 硝酸银溶液(4.6.2.5)放置 2~3 min,加入 2~5 mL 正己醇或硝基苯,盖上表面皿,把烧杯放在磁力搅拌器上快速搅拌 1 min 后,加入 1 mL 饱和硫酸铁铵溶液,用硫氰酸钾标准滴定溶液(4.6.2.7)滴定,当溶液由乳白色变为浅橙-粉红色,即为终点,记下硫氰酸钾标准滴定溶液的体积。

#### 4.6.4.5 空白试验

除不加试料外,按上述同样步骤进行空白试验。

#### 4.6.5 分析结果的表述

以质量百分数(%)表示的腐植酸中氯(Cl)含量  $X$ ,按式(8)计算:

$$X_7 = \frac{0.03545 c(V_2 - V_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:  $V_1$ ——滴定试料所消耗的硫氰酸钾标准滴定溶液体积, mL;

$V_2$ ——空白试验所消耗的硫氰酸钾标准滴定溶液体积, mL;

0.03545——与 1.00 mL 氯化钠标准溶液  $c(\text{Cl}^-) = 1.000 \text{ mol/L}$  相当的以克表示的氯的质量;

$c$ ——硫氰酸钾标准滴定溶液的浓度, mol/L;

$m$ ——试料质量, g。

#### 4.6.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

测定结果的绝对差值不大于 0.010%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.020%。

#### 4.7 硝酸根的测定

##### 4.7.1 方法提要

试料经溶解、过滤,将滤液显色后与硝酸根标准溶液显色后进行比较。

##### 4.7.2 试剂和溶液

###### 4.7.2.1 硫酸。

###### 4.7.2.2 硝酸钾。

###### 4.7.2.3 氯化钠溶液: 100 g/L。

4.7.2.4 硝酸根离子标准溶液:称取于  $120 \sim 130^\circ\text{C}$  干燥至恒重的硝酸钾 0.163 g(称准至 0.001 g)溶于水,移入 1 000 mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀,此溶液含硝酸根( $\text{NO}_3^-$ )为 0.1 mg/mL。

###### 4.7.2.5 靛蓝二磺酸钠显色液: 0.001 mol/L(按 GB 603 配制)。

##### 4.7.3 仪器、设备

比色管: 50 mL。

##### 4.7.4 分析步骤

###### 4.7.4.1 试料

称取约  $(0.5 \pm 0.025) \text{ g}$  试料(称准至 0.001 g)。

## 4.7.4.2 比色

将试料加入 40 mL 水,搅匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液。

移取 20 mL 滤液于 50 mL 比色管中,加入 1.0 mL 氯化钠溶液(4.7.2.3),1.0 mL 靛蓝二磺酸钠显色液(4.7.2.5),边摇动边加入 10 mL 硫酸,静置 10 min,加水稀释至刻度,摇匀。所呈蓝色不得深于标准显色溶液。

移取 1.0 mL 硝酸根标准溶液(4.7.2.4),除试料外与上述步骤同样操作。

## 4.8 细度的测定

## 4.8.1 方法提要

通过  $d=0.125$  mm 试验筛的试料质量占试料质量的百分数作为细度。

## 4.8.2 仪器、设备

通常的实验室仪器和:

4.8.2.1 试验筛(附筛盖和筛底):孔径  $d=0.125$  mm;

4.8.2.2 振筛机。

## 4.8.3 分析步骤

称取试料约 100 g(称准至 0.1 g),置于  $d=0.125$  mm 试验筛上,盖好筛盖,置于振筛机上,夹紧,振荡 5 min,将未通过  $d=0.125$  mm 孔径试验筛上的试料称量  $m_0$ (称准至 0.1 g),夹在筛孔中的颗粒应作未通过此筛孔部分计量。

注:若无振筛机,可人工过筛。但仲裁时必须用振筛机。

## 4.8.4 分析结果的表述

以质量百分数(%)表示的腐植酸的细度  $X_8$ 。按式(9)计算:

$$X_8 = \frac{m - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:  $m_0$ ——未通过  $d=0.125$  mm 孔径试验筛上试料的质量, g;

$m$ ——试料的质量, g。

## 5 检验规则

5.1 本标准采用 GB/T 1250 中“修约值比较法”判定检验结果是否符合标准。

5.2 铅酸蓄电池用腐植酸应由生产厂质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的铅酸蓄电池用腐植酸均符合本标准的要求。每批出厂的产品应附有质量证明书,其内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、批号、产品净重、生产日期和本标准号。

5.3 使用单位有权按本标准的规定,对所收到的铅酸蓄电池用腐植酸进行检验,核验其质量是否符合本标准的要求。

5.4 如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自二倍量的包装袋中重新采样进行复验,复验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品不能验收。

5.5 按批检验,以每天产量为一批。

5.6 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数(见表 2)。

表 2

总包装袋数	采样袋数	总包装袋数	采样袋数
1~10	全部采样	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

小包装采样时,先以箱为单位,按 GB/T 6678 规定确定单元数,箱内小包装再按 GB/T 6678 规定确定单元数;超过 512 袋时,按  $3 \times \sqrt{N}$  ( $N$  为每批产品总的包装袋数)计算采样袋数,计算中,如遇有小数时,则进为整数。

5.7 采样时从袋口一边斜插至对角线深度的  $3/4$  处,将采出的样品充分混匀,用四分法或缩分器缩分至不少于 500 g 分装于两个清洁、干燥的带有磨口塞的广口瓶中密封。瓶上粘贴标签,注明生产名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存二个月备查。

5.8 当供需双方对产品质量发生异议时,应按《中华人民共和国产品质量法》有关产品质量仲裁规定进行。

## 6 包装、标识、贮存与运输

6.1 铅酸蓄电池用腐植酸产品用编织袋内衬聚乙烯袋包装,每袋净重  $(25 \pm 0.25)$  kg,平均每袋净重不得低于 25 kg;也可用塑料袋分为 1 kg 或 5 kg 的小包装,木箱或纸箱外包装,内衬纸张,每箱净重  $(20 \pm 0.20)$  kg 或  $(25 \pm 0.25)$  kg,平均每箱净重不得低于 20 kg 或 25 kg。

6.2 包装袋(箱)上应印刷下列标志:产品名称、商标、主要成分含量、本标准号、批号、净重、生产厂名称、厂址。

6.3 每批出厂产品都应附有质量合格证,其内容包括:产品名称、生产日期或批号、检验结果、检验人、本标准号、生产厂名称、厂址。

6.4 铅酸蓄电池用腐植酸产品应存放于阴凉干燥处,在贮存和运输过程中,应注意轻放,并防潮、防晒、防包装袋破裂。