

中国标准出版社 编

电池标准汇编

原 电 池 卷

2015

 中国标准出版社

电池标准汇编

原电池卷 2015

中国标准出版社 编

中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

电池标准汇编. 原电池卷. 2015/中国标准出版社编.
—北京:中国标准出版社,2015.9
ISBN 978-7-5066-8019-6

I. ①电… II. ①中… III. ①电池—标准—汇编—
中国②原电池—标准—汇编—中国 IV. ①TM91-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 191943 号

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 19.5 字数 596 千字
2015 年 9 月第一版 2015 年 9 月第一次印刷

*

定价 100.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

出 版 说 明

随着我国经济的快速发展,各类电池在国民经济、社会发展和国家信息化建设中发挥着日益重要的作用。有关电池标准化的工作也取得了很大成绩,这些标准为我国各类电池的生产、产品开发、设计制造、技术引进和质量检验提供了重要的技术依据,也对推动企业技术进步,促进企业改进产品质量,维护消费者利益以及加强行业管理均起到了重要的作用。为帮助生产、检测、使用人员更好地了解电池方面的标准,满足有关人员对电池标准的需求,我社组织有关人员对各类电池标准按专业进行系统整理,编辑了《电池标准汇编》系列,旨在为电池行业的技术人员及相关科技人员提供系统的、实用的标准技术资料。《电池标准汇编》拟分为以下五卷:铅酸蓄电池卷、太阳电池卷、原电池卷、碱性蓄电池卷、燃料电池卷。

本汇编为《电池标准汇编 原电池卷 2015》,收集了截至 2015 年 7 月底发布的原电池方面的国家标准共 13 项。

编 者

2015 年 7 月

目 录

GB/T 1919—2014 工业氢氧化钾 1

GB/T 2900.41—2008 电工术语 原电池和蓄电池 17

GB/T 2946—2008 氯化铵 57

GB/T 3610—2010 电池锌饼 75

GB/T 8897.1—2013 原电池 第1部分:总则 85

GB/T 8897.2—2013 原电池 第2部分:外形尺寸和电性能要求 121

GB/T 8897.3—2013 原电池 第3部分:手表电池 176

GB 8897.4—2008 原电池 第4部分:锂电池的安全要求 198

GB 8897.5—2013 原电池 第5部分:水溶液电解质电池的安全要求 223

GB/T 10077—2008 锂原电池分类、型号命名及基本特性 255

GB/T 20155—2006 电池中汞、镉、铅含量的测定 265

GB 21966—2008 锂原电池和蓄电池在运输中的安全要求 272

GB 24462—2009 民用原电池安全通用要求 289



中华人民共和国国家标准

GB/T 1919—2014
代替 GB/T 1919—2000



2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 1919—2000《工业氢氧化钾》，与 GB/T 1919—2000 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 删除了产品等级，增加了产品分型(见第 4 章，2000 年版的第 3 章)；
- 删除了氯酸钾含量技术指标(见 5.2，2000 年版的 4.2)；
- 修改了氢氧化钾含量的分析方法，增加了酸碱滴定法，四苯硼钠重量法设为仲裁法(见 6.3，2000 年版的 5.1)；
- 修改了碳酸钾含量的分析方法(见 6.3，2000 年版的 5.2)；
- 氯化物的含量的测定将汞量法作为仲裁法，增加了目视比浊法(见 6.4，2000 年版的 5.3)；
- 增加了铁、钠含量的测定方法电感耦合等离子体光谱法(见 6.9)。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位：成都化工股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、内蒙古瑞达泰丰化工有限责任公司、上海哈勃化学技术有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：汪琦、夏俊玲、弓创周、封海林、孙宏华、王惠玲。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 1919—1994、GB/T 1919—2000。

工业氢氧化钾

警告:本标准中的氢氧化钾试样具有腐蚀性,可引起灼伤,操作应小心谨慎。在试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

1 范围

本标准规定了工业氢氧化钾的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。本标准适用于工业氢氧化钾。该产品主要用于合成纤维、染料、塑料和各种钾盐的工业生产。

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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 325.2—2010 包装容器 钢桶 第2部分:最小总容量 208 L、210 L 和 216.5 L 全开口钢桶

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法

GB/T 3051—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 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

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分:制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式:KOH。

相对分子质量:56.10(按 2011 年国际相对原子质量)。

4 分类、分型

按生产工艺不同,将工业氢氧化钾分为两类:离子膜法生产的工业氢氧化钾为 LM 类,隔膜法生产的工业氢氧化钾为 GM 类。

LM 类工业氢氧化钾固体分为三种型号:Ⅰ型(95%规格),Ⅱ型(90%规格),Ⅲ型(75%规格)。

工业氢氧化钾溶液分为两种型号：Ⅰ型(48%规格)，Ⅱ型(45%规格)。

5 要求

5.1 工业氢氧化钾的外观应符合以下要求：

- 固体中 LM 类为白色片状、粉状或块状，GM 类为灰白、蓝绿或淡紫色片状或块状；
- 溶液中 LM 类为无色透明液体，GM 类为无色或浅黄色透明液体。

5.2 工业氢氧化钾按本标准的试验方法检测，各类别应符合表 1 和表 2 中相应的技术要求。

表 1 工业氢氧化钾固体技术要求

项 目		指 标			
		LM			GM
		Ⅰ 型	Ⅱ 型	Ⅲ 型	
氢氧化钾(KOH) <i>w</i> /%	≥	95.0	90.0	75.0	90.0
碳酸钾(K ₂ CO ₃) <i>w</i> /%	≤	1.0	1.0	1.0	2.5
氯化物(以 Cl 计) <i>w</i> /%	≤	0.01	0.02	0.01	1.0
硫酸盐(以 SO ₄ 计) <i>w</i> /%	≤	0.02	0.02	0.01	—
硝酸盐及亚硝酸盐(以 N 计) <i>w</i> /%	≤	0.001	0.001	0.001	—
铁(Fe) <i>w</i> /%	≤	0.001 0	0.001 5	0.001 0	0.05
钠(Na) <i>w</i> /%	≤	1.0	1.0	1.0	2.0
注：用户对硫酸盐和钠二项指标无要求时可不控制。					

表 2 工业氢氧化钾溶液技术要求

项 目		指 标			
		LM		GM	
		Ⅰ 型	Ⅱ 型	Ⅰ 型	Ⅱ 型
氢氧化钾(KOH) <i>w</i> /%	≥	48.0	45.0	48.0	45.0
碳酸钾(K ₂ CO ₃) <i>w</i> /%	≤	0.5	0.5	1.2	1.5
氯化物(以 Cl 计) <i>w</i> /%	≤	0.005	0.005	0.5	0.7
铁(Fe) <i>w</i> /%	≤	0.000 5	0.000 5	—	—
钠(Na) <i>w</i> /%	≤	0.5	0.5	1.5	1.5
注：用户对钠指标无要求时可不控制。					

6 试验方法

6.1 一般规定

所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、

HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下,工业氢氧化钾固体于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观;工业氢氧化钾溶液置于比色管中,于白瓷板上用目视法判定外观。

6.3 氢氧化钾和碳酸钾含量的测定

6.3.1 四苯硼钠重量法(仲裁法)

6.3.1.1 方法提要

在弱酸性条件下,钾离子与四苯硼钠生成四苯硼钾沉淀。过滤,烘干,称量。

6.3.1.2 试剂

- 6.3.1.2.1 无水乙醇。
- 6.3.1.2.2 乙酸溶液:100 g/L。
- 6.3.1.2.3 四苯硼钠乙醇溶液:34 g/L。
- 6.3.1.2.4 四苯硼钾乙醇饱和溶液。
- 6.3.1.2.5 甲基红指示液:1 g/L。

6.3.1.3 仪器、设备

- 6.3.1.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 5 μm~15 μm。
- 6.3.1.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 120 ℃±5 ℃。

6.3.1.4 分析步骤

6.3.1.4.1 试验溶液 A 的制备

用称量瓶迅速称取约 40 g(固体)或 80 g(溶液)试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加适量无二氧化碳的水溶解,冷却至室温后全部移入 1 000 mL(V₂)容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。立即置于 1 000 mL 清洁干燥的塑料瓶中保存。此溶液为试验溶液 A,用于氢氧化钾含量、碳酸钾含量、氯化物含量(汞量法)及钠含量(原子发射光谱法)的测定。

6.3.1.4.2 测定

移取 20 mL(V₁)试验溶液 A 置于 500 mL(V₃)容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。必要时干过滤。移取 20 mL(V₄)此溶液,置于 100 mL 烧杯中,加 1 滴甲基红指示液,用乙酸溶液调至微红色。加热至 40 ℃取下,搅拌下逐滴加入四苯硼钠乙醇溶液 8 mL~9 mL,约 5 min 加完。放置 10 min。用已于 120 ℃±5 ℃条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用 40 mL~50 mL 四苯硼钾乙醇饱和溶液洗涤沉淀,每次用 5 mL,每次都应抽干。停止抽滤,用 2 mL 无水乙醇洗一次,再抽干。置于电热恒温干燥箱中,于 120 ℃±5 ℃干燥至质量恒定。

注:配制的氢氧化钾溶液具腐蚀性,不得存放在玻璃瓶中;所用的定量玻璃仪器均需要及时洗涤。

6.3.1.5 结果计算

氢氧化钾含量以氢氧化钾(KOH)的质量分数 w₁ 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.156\ 6}{m \times V_1/V_2 \times V_3/V_4} \times 100\% - (w_2 \times 0.811\ 9 + w_3 \times 1.582\ 5) \dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——四苯硼钾沉淀的质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- V_1 ——移取试验溶液 A(见 6.3.1.4.2)的体积的数值($V_1=20$),单位为毫升(mL);
- V_2 ——配制试验溶液 A(见 6.3.1.4.1)的体积的数值($V_2=1\ 000$),单位为毫升(mL);
- V_3 ——移取试验溶液(见 6.3.1.4.2)的体积的数值($V_3=20$),单位为毫升(mL);
- V_4 ——配制试验溶液(见 6.3.1.4.2)的体积的数值($V_4=500$),单位为毫升(mL);
- w_2 ——由 6.3.2 测得的碳酸钾的质量分数;
- w_3 ——由 6.4 测得的氯化物的质量分数;
- 0.156 6 ——四苯硼钾换算为氢氧化钾的系数;
- 0.811 9 ——碳酸钾换算为氢氧化钾的系数;
- 1.582 5 ——氯换算为氢氧化钾的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

6.3.2 酸碱滴定法

6.3.2.1 方法提要

取一份试液,加入氯化钡与试液中的碳酸钾生成碳酸钡沉淀。以酚酞为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定氢氧化钾。再以甲基橙为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定碳酸盐。以两次滴定消耗的滴定剂的量计算氢氧化钾的含量和碳酸钾的含量。

6.3.2.2 试剂

- 6.3.2.2.1 氯化钡溶液:100 g/L(加入酚酞指示剂,用氢氧化钠溶液调节至变粉红色)。
- 6.3.2.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})\approx 1\text{ mol/L}$ 。
- 6.3.2.2.3 甲基橙指示液:1 g/L。
- 6.3.2.2.4 酚酞指示液:10 g/L。

6.3.2.3 分析步骤

移取 50 mL(V_2)试验溶液 A(见 6.3.1.4.1)置于 250 mL 锥形瓶中。加入 10 mL 氯化钡溶液,摇匀,加入 2 滴~3 滴酚酞指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液无色,消耗盐酸标准滴定溶液的体积为 V_1 ;向此溶液中加入 1 滴~2 滴甲基橙指示液,用盐酸标准滴定溶液继续滴定至橙红色,消耗盐酸标准滴定溶液的体积为 V_4 。

6.3.2.4 结果计算

氢氧化钾含量以氢氧化钾(KOH)的质量分数 w_1 计,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{V_1 c M_1 \times 10^{-3}}{m \times V_2 / V_3} \times 100\% - (w_5 \times 2.440\ 5) \dots\dots\dots (2)$$

碳酸钾含量以碳酸钾(K_2CO_3)的质量分数 w_2 计,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{V_4 \times c M_2 \times 1/2 \times 10^{-3}}{m \times V_2 / V_3} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- V_1 ——以酚酞为指示液滴定消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——移取试验溶液 A(见 6.3.2.3)的体积的数值($V_2=50$),单位为毫升(mL);

- V_3 —— 配制试验溶液 A(见 6.3.1.4.1)的体积的数值($V_3=1\ 000$),单位为毫升(mL);
- V_4 —— 以甲基橙为指示液滴定消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c —— 盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- m —— 试料(见 6.3.1.4.1)质量的数值,单位为克(g);
- w_5 —— 由 6.8 或 6.9 测得的钠的质量分数;
- M_1 —— 氢氧化钾(KOH)摩尔质量的数值($M_1=56.10$),单位为克每摩尔(g/mol);
- M_2 —— 碳酸钾(K_2CO_3)摩尔质量的数值($M_2=138.20$),单位为克每摩尔(g/mol);
- 2.440 5 —— 钠(Na)换算为氢氧化钾的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值氢氧化钾为不大于 0.3%,碳酸钾为不大于 0.1%。

6.4 氯化物含量的测定

6.4.1 汞量法(仲裁法)

6.4.1.1 方法提要

同 GB/T 3051—2000 第 3 章。

6.4.1.2 试剂和材料

同 GB/T 3051—2000 第 4 章。

6.4.1.3 仪器、设备

同 GB/T 3051—2000 第 5 章。

6.4.1.4 分析步骤

移取试验溶液 A(见 6.3.1.4.1)(LM 类固体取 20 mL,溶液取 50 mL;GM 类取 10 mL)置于 250 mL 锥形瓶中,加水至约 100 mL,加 3 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液(1+1)至试液呈黄色,再用氢氧化钠溶液调至恰呈蓝色,然后滴加硝酸溶液(1+15)至黄色,过量 2 滴,加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用 0.05 mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至与标准终点比对溶液相同的紫红色。

标准终点比对溶液的制备:于 250 mL 锥形瓶中加入 100 mL 水和 3 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液(1+1)至黄色,再滴加氢氧化钠溶液至恰呈蓝色,滴加硝酸溶液(1+15)至黄色,过量 2 滴。加入 1 mL 二苯基偶氮碳酰肼指示液,用 0.05 mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液呈紫红色。

注:将滴定后的含汞废液收集保留,参见附录 A 给出的方法进行处理。

6.4.1.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_3 计,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{(V - V_0) \times 10^{-3} \times cM}{m \times V_1/V_2} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- V —— 试验溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 标准终点比对溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_1 —— 移取试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 —— 配制试验溶液 A(见 6.3.1.4.1)体积的数值($V_2=1\ 000$),单位为毫升(mL);
- c —— 硝酸汞标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料(见 6.3.1.4.1)质量的数值,单位为克(g);

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

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值 LM 类固体不大于 0.001%,LM 类溶液不大于 0.000 5%,GM 类不大于 0.01%。

6.4.2 目视比浊法(LM 产品)

6.4.2.1 方法提要

在硝酸介质中,氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时,在一定时间内氯化银呈悬浮体,使溶液浑浊,可用于氯化物的目视比浊法测定。

6.4.2.2 试剂

6.4.2.2.1 硝酸溶液:1+3。

6.4.2.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

6.4.2.2.3 氯标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.01 mg,用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用期为一周。

6.4.2.3 仪器

比色管:50 mL。

6.4.2.4 分析步骤

称取 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于比色管中,加 20 mL 水溶解,用硝酸溶液中和,加 1 mL 硝酸银溶液,加水至刻度,摇匀,于暗处放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于氯标准比浊溶液。

标准比浊溶液是按下列要求移取氯标准溶液,与试料同时同样处理:固体产品的 I 型、III 型为 10.0 mL,II 型为 20 mL,溶液产品为 5.0 mL。

6.5 硫酸盐含量的测定

6.5.1 方法提要

盐酸介质中,硫酸根与钡离子生成白色细微的硫酸钡沉淀,悬浮在溶液中,与标准比浊溶液比对。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 盐酸溶液:1+3。

6.5.2.2 混合溶液:称取 70 g 氯化钠置于 1 000 mL 烧杯中,加 500 mL 水溶解,加 10 mL 盐酸,500 mL 丙三醇,加入 50 g 氯化钡,混匀。

6.5.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含 0.1 mg SO_4 ,用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用期为一周。

6.5.3 仪器

比色管:100 mL。

6.5.4 分析步骤

称取 $2.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 水溶解后,全部转移至比色管中。用盐酸溶液中和至 pH 3~4(用 pH 试纸检验)。加入 10 mL 混合溶液,加水至刻度,摇动 1 min,放置 5 min。溶

液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备：Ⅰ型、Ⅱ型移取硫酸盐标准溶液 4.0 mL，Ⅲ型移取硫酸盐标准溶液 2.0 mL，与试验溶液同时同样处理。

6.6 硝酸盐和亚硝酸盐含量的测定

6.6.1 方法提要

在碱性条件下，试验溶液中的硝酸盐和亚硝酸盐与定氮合金反应，生成的氨经蒸馏用硫酸溶液吸收。加入纳氏试剂生成红色络合物，与标准比色溶液进行比对。

6.6.2 试剂和材料

6.6.2.1 定氮合金。

6.6.2.2 硫酸溶液：1+333。

6.6.2.3 氢氧化钠溶液：250 g/L，无氨。

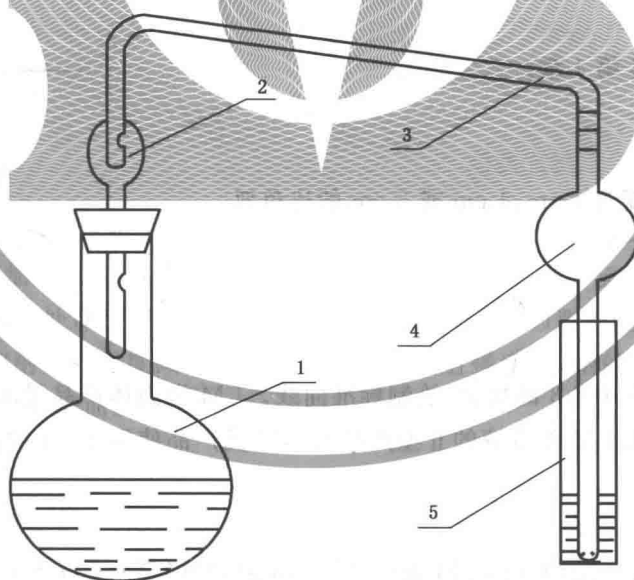
6.6.2.4 氮标准溶液：1 mL 溶液含氮(N) 0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氮标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

6.6.2.5 无氨的水。

6.6.2.6 纳氏试剂。

6.6.3 仪器、设备

定氮蒸馏装置如图 1 所示。也可使用具有同样效果的其他蒸馏装置。



说明：

1——蒸馏瓶；

2——气液分离器；

3——导管；

4——带有缓冲球的氨吸收管(插入比色管底部的管端处有 6 个直径为 $\phi 1$ mm 的小孔，均匀分布)；

5——比色管。

图 1 定氮蒸馏装置

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 分析准备

在蒸馏瓶中注入适量水,加热至沸。用沸腾产生的蒸汽清洗装置,至蒸馏液不再析出氮为止(用纳氏试剂检验:取相同体积的吸收液和水,分别加入等量纳氏试剂,比较二者颜色)。

6.6.4.2 测定

用移液管移取 2 mL 氮标准溶液,置于蒸馏瓶中,加 65 mL 无氨水、5 mL 氢氧化钠溶液,摇匀。称取 2.00 g±0.01 g 试样,置于另一个蒸馏瓶中,加 25 mL 无氨水、5 mL 氢氧化钠溶液,摇匀。各加 1 g 定氮合金,迅速将蒸馏装置连接好。于两个比色管中,各加入 2 mL 硫酸溶液,加少量水使导管末端气孔淹没于溶液中。混匀蒸馏瓶内的溶液,放置 1 h,期间定时摇动。逐渐加热蒸馏瓶使溶液沸腾,至蒸馏出约 40 mL 溶液为止。取出导管,停止加热。用少量水冲洗导管,洗液收集于比色管中。再分别加入 1 mL 氢氧化钠溶液、2mL 纳氏试剂,加水至刻度,摇匀,放置 10 min。试验溶液所呈颜色应不深于标准比色溶液。

6.7 铁含量的测定

6.7.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.7.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.7.3 仪器

分光光度计:带有厚度为 1 cm、4 cm 或 5 cm 的比色皿。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 标准曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,绘制标准曲线。LM 类固体产品及 LM 类溶液的 I 型产品使用 4 cm 或 5 cm 的比色皿;LM 类溶液的 II 型产品及 GM 类产品使用 1 cm 的比色皿。

6.7.4.2 测定

称取适量试样(LM 类产品约 5 g,GM 类产品约 0.5 g),精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解。以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 的规定从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

6.7.4.3 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_4 计,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\%$$

.....(5)

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——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为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 1%。

6.8 钠含量的测定——原子发射光谱法

在酸性条件下，用火焰发射分光光度计于波长 589.0 nm 处，测定辐射强度，采用标准曲线法测定试样中钠含量。

6.8.1 试剂

6.8.1.1 盐酸溶液：1+5。

6.8.1.2 氯化钾溶液：5 g/L。

6.8.1.3 钠标准溶液 I：1 mL 溶液含钠(Na)0.1 mg，移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.1.4 钠标准溶液 II：1 mL 溶液含钠(Na)0.01 mg，移取 10 mL 钠标准溶液 I（见 6.8.1.3），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用于调节火焰发射分光光度计。

6.8.1.5 甲基橙指示液：1 g/L。

6.8.2 仪器、设备

火焰发射分光光度计。

6.8.3 分析步骤

6.8.3.1 标准曲线的绘制

于 6 个 100 mL 容量瓶中，分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钠标准溶液 I（见 6.8.1.3），各加 10 mL 氯化钾溶液、5 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。在火焰发射分光光度计，于波长 589.0 nm 处，用水调零，用钠标准溶液 II（见 6.8.1.4）调刻度为 100。依次测量上述溶液的辐射强度。将所测定的辐射强度减去标准空白溶液的辐射强度，以钠的质量(mg)为横坐标，对应的辐射强度为纵坐标，绘制标准曲线。

6.8.3.2 测定

移取 10.00 mL(V_1)试验溶液 A（见 6.3.1.4.1），置于 100 mL(V_4)容量瓶中，加水溶解，用水稀释至刻度，摇匀。再移取 10 mL(V_3)此溶液和 10 mL 水（空白试验溶液），分别置于 100 mL 容量瓶中，各加 20 mL 水、2 滴甲基橙指示液。滴加盐酸溶液至指示剂变色，过量 5 mL，用水稀释至刻度，摇匀。在火焰发射分光光度计，于波长 589.0 nm 处，用水调零，用钠标准溶液 II（见 6.8.1.4）调刻度为 100。依次测量试剂空白溶液和试验溶液的辐射强度。从标准曲线上查出对应的钠的质量。

6.8.4 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数 w_5 计，按式(6)计算：

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times V_1 / V_2 \times V_3 / V_4} \times 100\%$$

.....(6)

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中钠质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中钠质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——试料(见 6.3.1.4.1)质量的数值，单位为克(g)；

V_1 ——移取试验溶液 A 的体积的数值($V_1=10$)，单位为毫升(mL)；

V_2 ——配制试验溶液 A(见 6.3.1.4.1)的体积的数值($V_2=1\ 000$)，单位为毫升(mL)；

V_3 ——移取试验溶液 A(见 6.8.3.2)的体积的数值($V_3=10$)，单位为毫升(mL)；

V_4 ——配制试验溶液(见 6.8.3.2)的体积的数值($V_4=100$)，单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

6.9 铁含量、钠含量——电感耦合等离子体原子发射光谱法

6.9.1 方法提要

试样经盐酸溶解后，将试验溶液以气溶胶形式导入等离子体炬焰中，样品被蒸发和激发，发射出所含元素的特征波长光，测量其光谱强度并采用标准加入法计算元素的含量。

6.9.2 试剂

- 6.9.2.1 盐酸：光谱纯。
- 6.9.2.2 铁标准溶液：1 mL 溶液含铁(Fe)0.02 mg，移取 2.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- 6.9.2.3 钠标准溶液：1 mL 溶液含钠(Na)1 mg。
- 6.9.2.4 二级水：符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.9.3 仪器、设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 试验溶液 B 的制备

用称量瓶迅速称取约 40 g 试样，精确至 0.01 g，用水溶解，冷却至室温后全部移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。立即置于 1 000 mL 清洁干燥的塑料瓶中保存。

6.9.4.2 铁、钠含量的测定

6.9.4.2.1 铁测试液的制备

移取试验溶液 B(LM 类 50.00 mL，GM 类 5.00 mL)，分别置于 4 个 100 mL 容量瓶中，各加 5 mL 盐酸，再分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 铁标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

6.9.4.2.2 钠测试液的制备

移取 10.00 mL 试验溶液 B，分别置于 4 个 100 mL 容量瓶中，各加 5 mL 盐酸，再分别加入 0.00 mL、3.00 mL、6.00 mL、12.00 mL 钠标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

6.9.4.2.3 测定

在仪器最佳的测定条件下，按表 3 给出的元素测定波长，利用标准加入法测定铁、钠元素的光谱强