

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

电池用硫酸亚铁

Ferrous sulfate for industrial use

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位： 。

本文件主要起草人： 。

电池用硫酸亚铁

1 范围

本文件规定了电池用硫酸亚铁的要求、试验方法、检验规则、标志及随行文件、包装、运输、贮存。
本文件适用于电池用硫酸亚铁。
注：该产品主要用作生产锂离子电池和钠离子电池用原料。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 191—2008 包装储运图示标志

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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：277.97（按2022年国际相对原子质量）。

5 要求

5.1 外观：淡绿色或淡黄绿色结晶。

5.2 电池用硫酸亚铁按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目		一等品	合格品
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ w / %	\geq	85.0	85.0
三价铁（以 Fe^{3+} 计） w / %	\leq	0.2	—

氯化物（以 Cl 计）分光光度法	≤	0.01	—
铝（Al）w / %	≤	0.01	0.01
钙（Ca）w / %	≤	0.05	0.05
镁（Mg）w / %	≤	0.01	0.20
钾（K）w / %	≤	0.01	0.01
钠（Na）w / %	≤	0.1	0.1
钛（Ti）w / %	≤	0.25	0.5
铜（Cu）w / %	≤	0.002	0.002
锌（Zn）w / %	≤	0.01	0.01
铬（Cr）w / %	≤	0.005	0.005
铅（Pb）w / %	≤	0.002	0.002
锰（Mn）w / %	≤	0.1	0.2
镉（Cd）w / %	≤	0.0005	0.0005
磁性物质 w / （mg/kg）	≤	0.25	0.25

6 试验方法

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，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。本试验方法中使用高压氩气钢瓶，应按高压钢瓶安全操作规定操作；点燃等离子体后，应尽量少开屏蔽门，防止高频辐射伤害身体。

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008表1中规定的三级水。试验中所用的杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其它规定时，均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2和HG/T 3696.3的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.3 七水硫酸亚铁含量的测定

6.3.1 原理

在酸性介质中，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定，使二价铁氧化成三价铁，以滴定液自身指示终点。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 硫酸溶液：1+1。

6.3.2.2 磷酸溶液：1+1。

6.3.2.3 高锰酸钾标准滴定溶液： $c(1/5KMnO_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ ，按 HG/T 3696.1 的方法一标定。

6.3.3 试验

称取约1 g试样，精确至0.000 2 g，置于250 mL锥形瓶中，用50 mL水溶解。加10 mL硫酸溶液和4 mL磷酸溶液。以高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色（30 s不褪色）即为终点。同时做空白试验。

6.3.4 试验数据处理

七水硫酸亚铁（ $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）含量以质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V-V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定时消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验溶液消耗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浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——硫酸亚铁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[$M(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})=277.97$]；

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为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.4 %。

6.4 三价铁（以 Fe^{3+} 计）的测定

6.4.1 原理

在酸性介质中，试样中的三价铁与碘化钾作用生成游离碘，用硫代硫酸钠标准溶液滴定，以此计算试样中的铁含量。

6.4.2 试剂或材料

6.4.2.1 碘化钾。

6.4.2.2 盐酸。

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

6.4.2.4 淀粉指示液：10 g/L。

6.4.3 试验步骤

称取5 g试样，精确至0.000 2g，置于250 mL碘量瓶中，加100 mL水、10 mL盐酸溶解，必要时冷却至室温，加入3 g碘化钾，水封瓶塞，振摇溶解，于暗处放置约5 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，近终点时，加2 mL淀粉指示液，迅速以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液蓝色消失为终点。同时进行空白试验。

6.4.4 试验数据处理

三价铁（以 Fe^{3+} 计）的含量以质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(V-V_0) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V ——滴定试样溶液消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗的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浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——铁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[$M(\text{Fe})=55.84$]；

m ——试料质量的数值，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超过算术平均值的10%。

6.5 氯化物含量的测定

6.5.1 试剂和材料

6.5.1.1 硝酸溶液：1+9。

6.5.1.2 硝酸银溶液：17 g/L。

6.5.1.3 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.01 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯（Cl）标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

此溶液现用现配。

6.5.1.4 硝酸银溶液：17 g/L。

6.5.2 试验步骤

称取 0.1 g 试样，精确至 0.01 g，置于 50 mL 比色管中，加适量水及 10 mL 硝酸溶液使其溶解，加 1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至 50 mL，摇匀，于暗处放置 5 min，在黑色背景下，轴向观察，所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液：量取 10 mL 氯化物标准溶液，置于 50 mL 比色管中。与试样溶液同时同样处理。

在自然光下，将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管置于同一黑色背景上，自上向下观察。

试验溶液所产生的浊度小于标准比浊溶液，则符合本文件规定的指标要求，否则不符合本文件规定的指标要求。

6.6 铝、钙、镁、钾、钠、钛、铜、锌、铬、铅、锰、镉含量的测定

6.6.1 原理

试样经酸溶解后，由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体，在高温和惰性气体中被充分蒸发、原子化、电离和激发，发射出所含元素的特征谱线，根据元素浓度与元素特征谱线强度的关系，对相应元素进行定量分析。

6.6.2 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.6.3 试剂或材料

6.6.3.1 硝酸：优级纯。

6.6.3.2 硝酸溶液：1+1，用优级纯配制。

6.6.3.3 铝、钙、镁、钾、钠、钛、铜、锌、铬、铅、锰、镉标准贮备溶液：1 mL 溶液含铝（Al）、钙（Ca）、镁（Mg）、钾（K）、钠（Na）、钛（Ti）、铜（Cu）、锌（Zn）、铬（Cr）、铅（Pb）、锰（Mn）、镉（Cd）分别为 1 mg，按 HG/T 3696.2 配制各元素标准贮备溶液，或者采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准贮备溶液。

6.6.3.4 铝、钙、镁、钾、钠、钛、铜、锌、铬、铅、锰、镉混合标准溶液：1 mL 溶液含铝（Al）、钙（Ca）、镁（Mg）、钾（K）、钠（Na）、钛（Ti）、铜（Cu）、锌（Zn）、铬（Cr）、铅（Pb）、锰（Mn）、镉（Cd）分别为 5 μ g，分别用移液管移取 0.5 mL 铝、钙、镁、钾、钠、钛、铜、锌、铬、铅标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液使用前配制。

6.6.3.5 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

6.6.4 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.6.5 试验步骤

6.6.5.1 试验溶液的制备

称取约 0.5 g 试料，精确到 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 纯水，2 mL 硝酸溶液，盖上表面皿在 150 °C ± 5 °C 的加热板加热煮沸，待样品全部溶解后继续煮沸 1 min。消解完后，取出冷却至室温，将消解后的溶液转移至 100 mL 的容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.5.2 标准曲线的绘制

在 6 个 100 mL 容量瓶中，分别移入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 的混合标准溶液，加入 2 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定，分析谱线波长和仪器工作条件参见附录 A。以标准溶液的质量浓度（μg/mL）为横坐标，对应的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

6.6.5.3 试验

按照 6.4.5.2 相同条件测定试验溶液中各待测杂质元素的发射强度。由仪器软件自动计算出被测杂质元素的质量浓度（mg/L）。

同时同样做空白试验，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。

6.6.6 试验数据处理

杂质元素含量以质量分数 w_i 计，按公式（3）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 10^{-3} \times V \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

ρ_i ——从标准曲线上查出试验溶液中待测元素质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——从标准曲线上查出空白试验溶液中待测元素质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

V ——试验溶液定容体积的数值，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算术平均值的 10 %。

6.7 磁性物质含量的测定

6.7.1 原理

试样中的磁性物质以磁棒吸附后用王水溶解，采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定磁性物质元素（铁、锌、镍、铬）特征谱线的强度，以工作曲线法定量，通过计算得到磁性物质含量。

6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 王水：用优级纯盐酸和优级纯硝酸配制。

6.7.2.2 磁性物质标准溶液（铁、锌、镍、铬混合标准溶液）：1 mL 溶液含（Fe、Zn、Ni、Cr）0.01 mg。选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液（1000 µg/mL）准确稀释，此溶液现用现配。

6.7.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

6.7.3 仪器设备

6.7.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.7.3.2 罐磨机。

6.7.3.3 磁棒：圆柱形， $\phi 17\text{ mm} \times L 52\text{ mm}$ ，聚四氟乙烯涂层密封，磁力强度 6000 Gs 以上。

6.7.4 试验步骤

6.7.4.1 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 磁性物质标准溶液（见 6.5.2.3）分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，分别加入 2 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定，分析谱线波长和仪器工作条件参见附录 A。以标准溶液的质量浓度（µg/mL）为横坐标，对应的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

6.7.4.2 试验

称取 150 g 试样，精确至 0.01 g，置于可密封的 500 mL 塑料瓶中，加入 450 mL 水，放入干净磁棒，盖上瓶盖拧紧，用罐磨机（转速 110 rpm）滚动 30 min。混合吸附结束后，用磁铁在容器外侧将磁棒吸附住，倒掉溶液，用水冲洗磁棒至无吸附物（磁棒有吸附物时可超声清洗 30 s）。将磁棒转入 250 mL 烧杯中，加 8 mL 王水，再加 40 mL 水，盖上表面皿，在加热板上加热煮沸至 10 mL~20 mL 左右时取下，冷却至室温后，将溶液全部转移至 100 mL 容量瓶中，用少量水清洗磁棒三次倒入容量瓶中，最后用水稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪，按照 6.5.4.1 相同条件测定相应待测元素的发射强度值。在标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓度。

同时做空白试验，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。

6.7.5 试验数据处理

待测元素（铁、锌、镍、铬）的含量以待测元素（Fe、Zn、Ni、Cr）的质量分数 w_j 计，按公式（4）计算：

$$w_j = \frac{(\rho_j - \rho_0) \times 0.1}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (4)$$

磁性物质含量以质量分数 w_3 计，按公式（5）计算：

$$w_3 = w_{\text{Fe}} + w_{\text{Zn}} + w_{\text{Ni}} + w_{\text{Cr}} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$w_{\text{(Fe、Zn、Ni、Cr)}}$ ——磁性物质（铁、锌、镍、铬）的含量，按公式（4）计算；

ρ_i ——从工作曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

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算术平均值的10%。

7 检验规则

7.1 本文件要求中规定的全部项目为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一等级的电池用硫酸亚铁为一批。每批产品不超过 30 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。每袋所取试样不少于 50 g；将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 1000 g，分装入两个干燥、清洁的广口瓶或塑料袋中，密封，粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、型号、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶（袋）用于检验，另一瓶（袋）保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

7.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7.5 检验结果如有指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

8 标志及随行文件

8.1 电池用硫酸亚铁包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本文件编号和 GB/T 191—2008 表 1 中规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的电池用硫酸亚铁都应附有质量证明书，质量证明书内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 电池用硫酸亚铁采用双层包装。内包装采用聚乙烯薄膜袋，袋口扎紧，应严密不漏；外包装采用塑料编织袋等包装。每袋净含量 10kg、25 kg、1000 kg。如需其他包装方式，可由供需双方另行协商确定。

9.2 电池用硫酸亚铁在运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、受潮，包装不得受到污损。运输工具应清洁、干燥。

9.3 电池用硫酸亚铁应贮存于干燥处，防止雨淋、受潮。

附 录 A
(资料性)
参考仪器工作条件

A.1 分析谱线参考波长

使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素（钠、铝、钾、钙、镁、铜、锌、铅、镍、铬、铁、）含量的分析谱线波长参见表A.1。

表 A.1 分析谱线波长

元素名称	波长（nm）
Al	396.152
Ca	393.366
Mg	279.553
K	766.491
Na	589.592
Ti	334.941
Cu	327.396
Zn	206.200
Cr	206.158
Pb	220.353
Mn	257.61
Cd	228.802
Ni	231.604
Fe	259.94
可根据仪器优化各元素的分析谱线。	

A.2 仪器参考工作参数

使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素（钠、钾、钙、镁、铜、锌、铅、镍、铬、铁、磷）含量的仪器工作条件参见表A.2。

表 A.2 仪器工作参数

项目	参数
功率	1400 W
雾化气流量	0.7 L/min
辅助气流量	0.2 L/min
等离子气流量	15.0 L/min
蠕动泵流速	1.5 mL/min
观测模式	水平（轴向）
峰处理方式	峰面积积分
自动积分	2 s~10 s
读数延迟	20 s

冲洗时间	10 s
重复次数	2次
