ICS 47.020.05
CCS A 29

中华人民共和国国家标准

GB/T 4950—2021
代替 GB/T 4950—2002，GB/T 4951—2007

锌合金牺牲阳极

Sacrificial anode of zinc alloy

2021-08-20 发布　　2022-03-01 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 …… Ⅲ
1　范围 …… 1
2　规范性引用文件 …… 1
3　术语和定义 …… 1
4　符号 …… 1
5　分类、型号及规格 …… 3
6　要求 …… 16
7　试验方法 …… 18
8　检验规则 …… 19
9　标志、包装、运输和贮存 …… 20
附录 A（规范性）　锌合金牺牲阳极化学分析方法 …… 21
附录 B（规范性）　接触电阻测定方法 …… 44

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。

本文件代替GB/T 4950—2002《锌-铝-镉合金牺牲阳极》和GB/T 4951—2007《锌-铝-镉合金牺牲阳极　化学分析方法》。本文件以GB/T 4950—2002为主，整合了GB/T 4951—2007的内容，与GB/T 4950—2002相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 增加了“符号”一章（见第4章）；

b) 更改了锌阳极的分类方法（见5.1，GB/T 4950—2002的4.1）；

c) 更改了锌阳极的型号表示方法（见5.2，GB/T 4950—2002的4.2）；

d) 增加了液舱用螺栓连接式锌阳极结构型式和参数（见表7和图6）；

e) 增加了储罐和埋地管线用带状锌阳极的分类及规格、参数（见5.3.5和5.3.6）；

f) 增加了两种锌阳极的化学成分及电化学性能（见6.2和6.3）；

g) 更改了锌阳极型式检验的样品数量和要求（见8.2.3，GB/T 4950—2002的7.2.3、7.2.4）；

h) 增加了锌合金牺牲阳极化学分析方法（见附录A）；

i) 更改了牺牲阳极体-铁脚间接触电阻测量方法（见附录B.2，GB/T 4950—2002的附录A.1）。

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。

本文件由全国海洋船标准化技术委员会（SAC/TC 12）提出并归口。

本文件起草单位：中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所）、青岛双瑞海洋环境工程股份有限公司。

本文件主要起草人：马力、张海兵、刘攀、孙明先、杜米芳、李威力、李景滨、邢少华、王红锋、许立坤、蔺存国、刘钊慧、侯健、闫永贵、鲁统军。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 4950，1985年首次发布，2002年第一次修订；

——GB/T 4951，1985年首次发布，2007年第一次修订。

锌合金牺牲阳极

1 范围

本文件规定了锌合金牺牲阳极(以下简称锌阳极)的分类、型号及规格、要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于电阻率小于 15 Ω·m 的介质(包括海水、海泥、土壤等)中的钢结构阴极保护用的锌阳极的设计、制造、检验、贮存等,包括船舶、港工设施、海洋工程、埋地金属管道、储罐、海水冷却水系统等钢结构阴极保护用的锌阳极。

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 470—2008 锌锭

GB/T 700 碳素结构钢

GB/T 1196—2017 重熔用铝锭

GB/T 1499.2 钢筋混凝土用钢 第 2 部分:热轧带肋钢筋

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/T 8923.1—2011 涂覆涂料前钢材表面处理 表面清洁度的目视评定 第 1 部分:未涂覆过的钢材表面和全面清除原有涂层后的钢材表面的锈蚀等级和处理等级

GB/T 17848 牺牲阳极电化学性能试验方法

CB/T 3764 金属镀层和化学覆盖层厚度系列及质量要求

YS/T 72—2014 镉锭

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

实际电容量 practical current capacity

实际测得的消耗单位质量的牺牲阳极所产生的电量。

3.2

电流效率 current efficiency

牺牲阳极实际电容量与理论电容量的比值。

4 符号

表 1 列出的符号适用于本文件。

表 1　符号和说明

符号	说明	单位
b	阳极体宽度	mm
b_0	铁脚宽度	mm
b_1	阳极体上底宽	mm
b_2	阳极体下底宽	mm
b_3	带状阳极截面短对角线长度	mm
b_4	带状阳极截面长对角线长度	mm
d	铁脚/钢芯直径	mm
d_0	圆盘状阳极铁脚外径	mm
d_1	带状阳极卷内径	mm
d_2	圆盘状阳极外径	mm
e	埋地管线用单铁脚焊接式阳极铁脚露出长度	mm
e_1	铁脚螺纹孔槽口宽度	mm
f	圆盘状阳极中间开孔直径	mm
f_0	圆盘状阳极铁脚螺纹孔直径	mm
g	铁脚在阳极体中的高度	mm
h	阳极体厚度	mm
h_0	铁脚厚度	mm
h_1	阳极体距离安装面高度	mm
l	阳极体长度	mm
l_0	铁脚长度	mm
l_1	铁脚螺纹孔位置	mm
l_2	带状阳极卷长	mm
r	铁脚螺纹孔半径	mm
c	从工作曲线上查得分析试液中被测元素的质量浓度	μg/mL
c_0	从工作曲线上查得空白试验溶液中被测元素的质量浓度	μg/mL
I	测试电流	A
m_0	试料的质量	g
m_1	从工作曲线上查得的分析试液中的元素量	mg
m_2	从工作曲线上查得的空白试验中的元素量	mg
R	牺牲阳极体与铁脚之间的接触电阻	Ω
U	牺牲阳极表面上的各测点和铁脚间电压降	V
V	测定试液的体积	mL
V_0	试液总体积	mL
V_1	移取试液的体积	mL
w	元素的质量分数	%

5 分类、型号及规格

5.1 分类

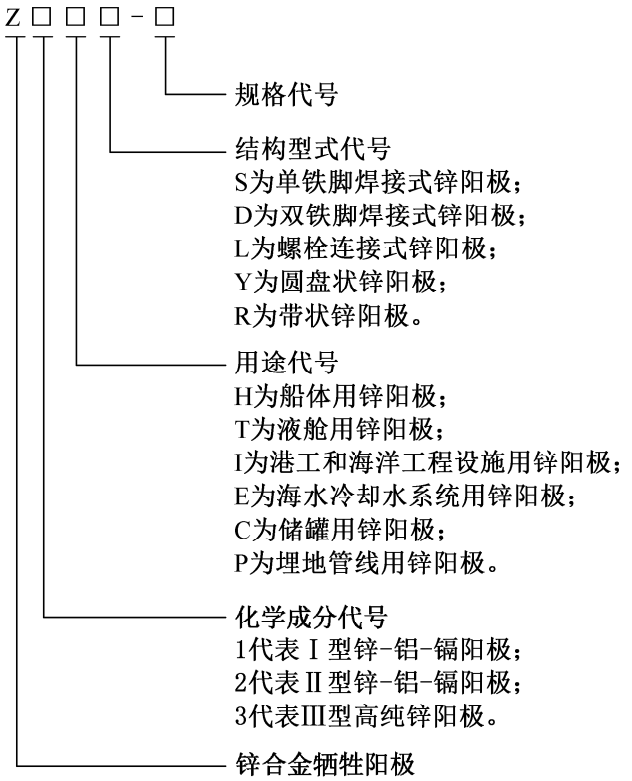
5.1.1 锌阳极按化学成分可分为锌-铝-镉阳极(Ⅰ型和Ⅱ型,含镉元素,使用前应征求需方的许可)和纯锌阳极(Ⅲ型),其中Ⅰ型和Ⅱ型锌阳极适用环境温度不超过50 ℃。

5.1.2 锌阳极按用途可分为船体用锌阳极、液舱用锌阳极、港工和海洋工程设施用锌阳极、海水冷却水系统用锌阳极、储罐用锌阳极和埋地管线用锌阳极。

5.1.3 锌阳极按结构型式可分为单铁脚焊接式锌阳极、双铁脚焊接式锌阳极、螺栓连接式锌阳极、圆盘状锌阳极和带状锌阳极。

5.2 型号表示

锌阳极的型号表示方法如下。



示例:

材料为Ⅰ型锌-铝-镉阳极、用于船体保护、结构型式为单铁脚焊接式,规格代号为1的锌阳极,其型号为:Z1HS-1

5.3 规格、参数和结构型式

5.3.1 船体用锌阳极的型号和参数见表2、表3和表4,结构型式见图1、图2和图3。

表 2　船体用单铁脚焊接式锌阳极

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm				净重 kg	毛重 kg
	$l\times b\times h$	l_0	b_0	h_0	g		
Z1HS-1 Z2HS-1 Z3HS-1	800×140×60	900	45	5～6	8～10	45.4	47.0
Z1HS-2 Z2HS-2 Z3HS-2	800×140×50	900	45	5～6	6～8	37.4	39.0
Z1HS-3 Z2HS-3 Z3HS-3	800×140×40	900	45	5～6	5～6	29.5	31.0
Z1HS-4 Z2HS-4 Z3HS-4	600×120×50	700	40	5～6	6～8	24.0	25.0
Z1HS-5 Z2HS-5 Z3HS-5	400×120×50	470	35	4～5	6～8	15.3	16.0
Z1HS-6 Z2HS-6 Z3HS-6	500×100×40	580	40	4～5	5～6	12.7	13.6
Z1HS-7 Z2HS-7 Z3HS-7	400×100×40	460	30	4～5	5～6	10.6	11.0
Z1HS-8 Z2HS-8 Z3HS-8	300×100×40	360	30	3～4	5～6	7.2	7.5
Z1HS-9 Z2HS-9 Z3HS-9	250×100×40	310	30	3～4	5～6	6.2	6.5
Z1HS-10 Z2HS-10 Z3HS-10	180×70×40	230	25	3～4	5～6	3.3	3.5

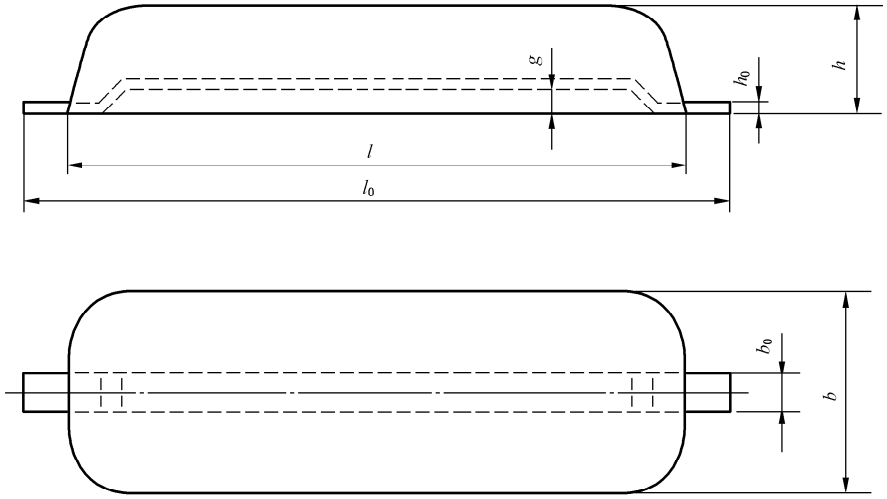


图 1　船体用单铁脚焊接式锌阳极结构示意图

表 3　船体用双铁脚焊接式锌阳极

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm				净重 kg	毛重 kg
	$l\times b\times h$	l_0	b_0	h_0	g		
Z1HD-1 Z2HD-1 Z3HD-1	300×150×50	360	30	4～5	5～6	13.7	14.5
Z1HD-2 Z2HD-2 Z3HD-2	300×150×40	360	30	4～5	5～6	10.7	11.5

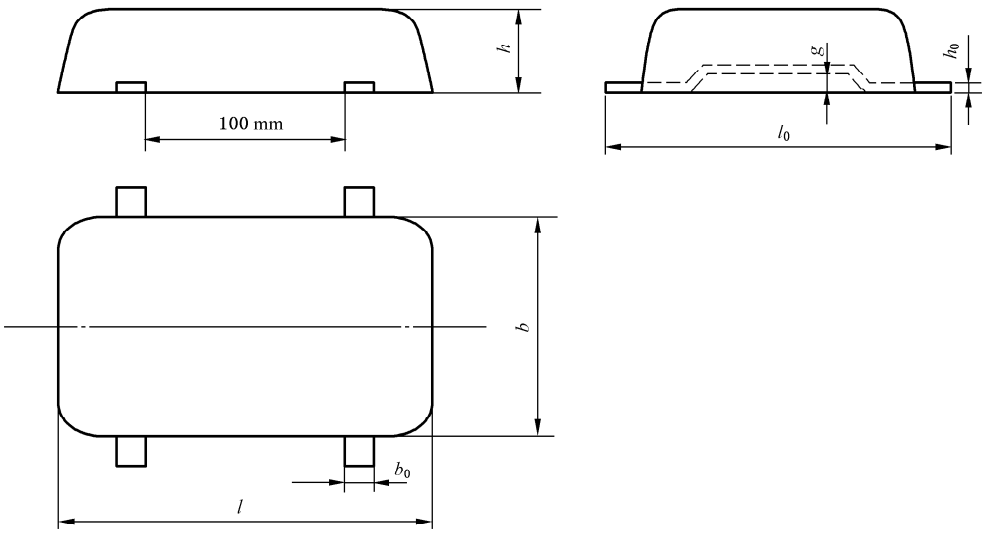


图 2　船体用双铁脚焊接式锌阳极结构示意图

表 4　船体用螺栓连接式锌阳极

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm				净重 kg	毛重 kg
	$l\times b\times h$	l_0	b_0	h_0	g		
Z1HL-1 Z2HL-1 Z3HL-1	300×150×50	250	50	3～4	8～10	11.6	12.0
Z1HL-2 Z2HL-2 Z3HL-2	300×150×40	250	50	3～4	8～10	8.6	9.0

单位为毫米

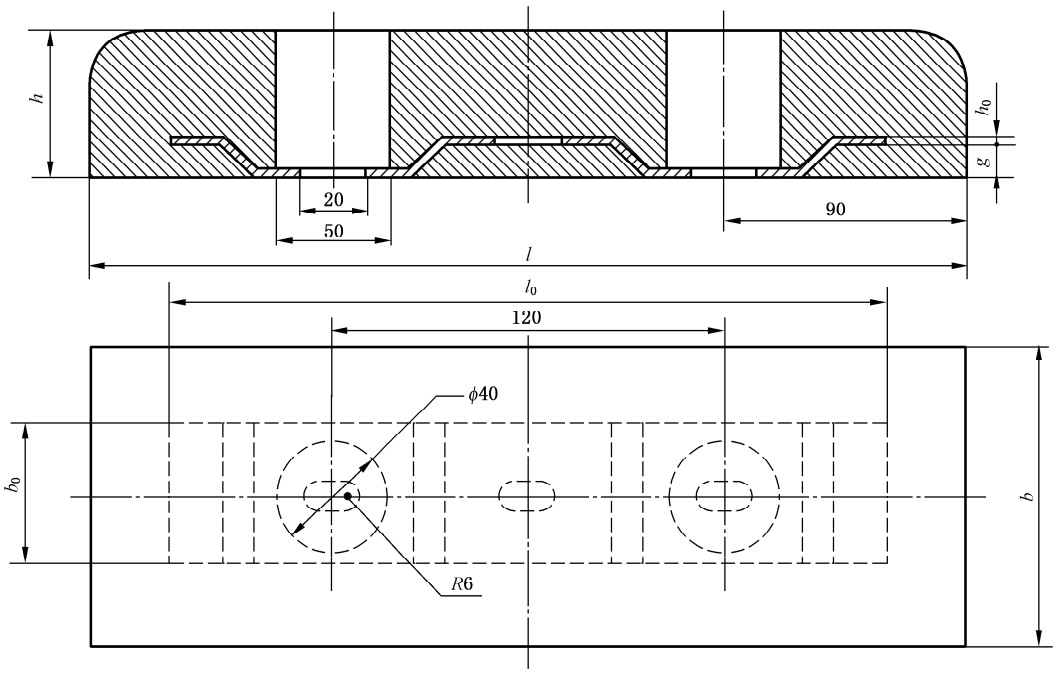


图 3　船体用螺栓连接式锌阳极结构示意图

5.3.2　液舱用锌阳极型号和参数见表 5、表 6 和表 7，结构型式见图 4、图 5 和图 6。

表 5　液舱用单铁脚焊接式锌阳极(扁钢铁脚)

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm					净重 kg	毛重 kg
	$l\times(b_1+b_2)\times h$	l_0	b_0	h_0	g	h_1		
Z1TS-1 Z2TS-1 Z3TS-1	500×(115+135)×130	800	50	6	40	60	53.5	56.0
Z1TS-2 Z2TS-2 Z3TS-2	500×(110+130)×120	800	50	6	40	60	48.0	50.0
Z1TS-3 Z2TS-3 Z3TS-3	250×(85+100)×85	310	30	4	6～8	0	12.8	13.0
Z1TS-4 Z2TS-4 Z3TS-4	200×(70+90)×70	260	30	3	6～8	0	7.3	7.5

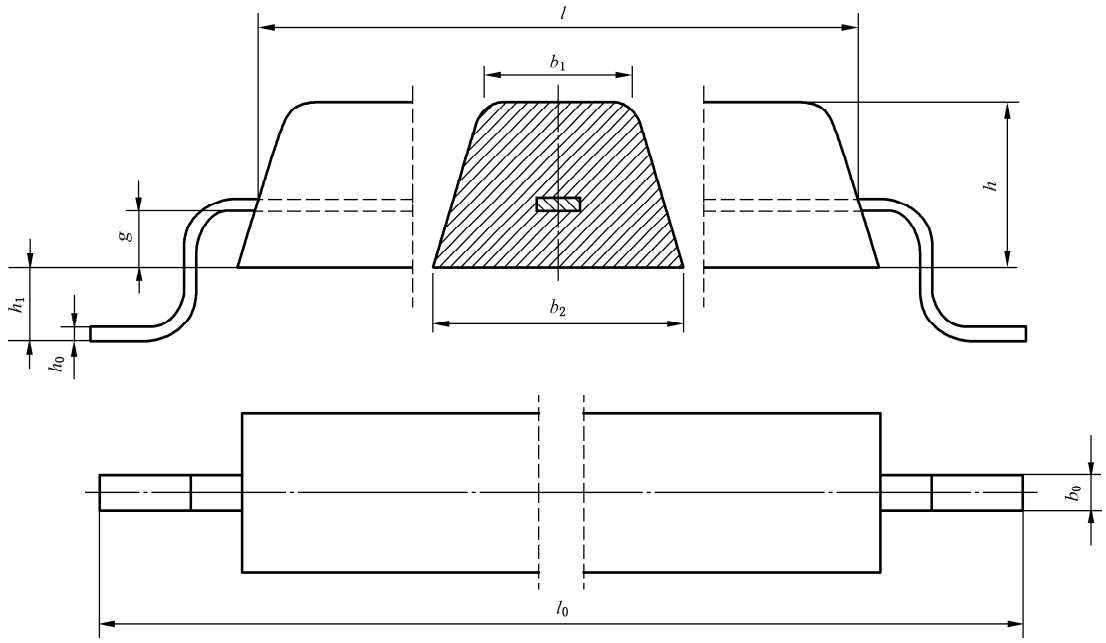


图 4　液舱用单铁脚焊接式锌阳极结构示意图(扁钢铁脚)

表 6　液舱用单铁脚焊接式锌阳极（螺纹钢铁脚）

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm				净重 kg	毛重 kg
	$l\times(b_1+b_2)\times h$	l_0	d	g	h_1		
Z1TS-5 Z2TS-5 Z3TS-5	1 500×(65+75)×70	1 800	16	20	40	48.3	50.0
Z1TS-6 Z2TS-6 Z3TS-6	1 000×(58.5+78.5)×68	1 300	16	20	40	31.8	33.0
Z1TS-7 Z2TS-7 Z3TS-7	800×(56+74)×65	1 100	16	20	40	24.0	25.0
Z1TS-8 Z2TS-8 Z3TS-8	1 150×(48+54)×51	1 450	12	15	35	18.6	20.0

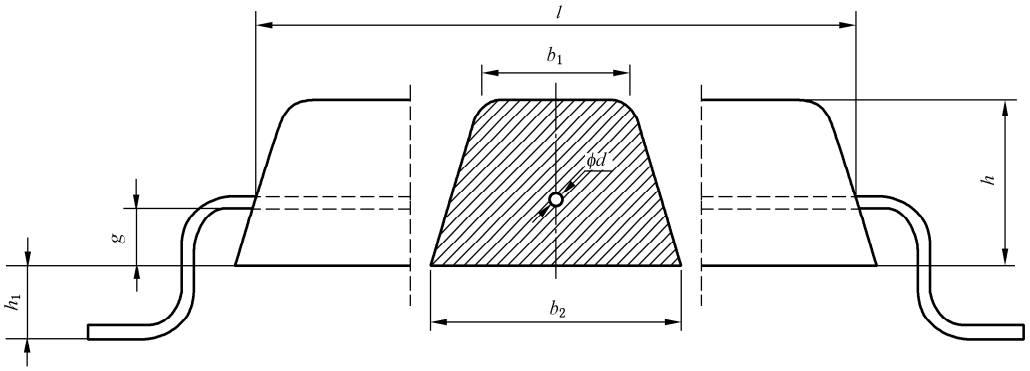


图 5　液舱用单铁脚焊接式锌阳极结构示意图(螺纹钢铁脚)

表 7　液舱用螺栓连接式锌阳极

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm							净重 kg	毛重 kg
	$l\times(b_1+b_2)\times h$	l_0	b_0	h_0	l_1	r	e_1	g		
Z1TL-1 Z2TL-1 Z3TL-1	500×(115+135)×130	800	50	6	60	6	10	45	54.5	56.0
Z1TL-2 Z2TL-2 Z3TL-2	500×(105+135)×100	800	50	6	60	6	10	35	39.0	40.5
Z1TL-3 Z2TL-3 Z3TL-3	500×(80+100)×80	800	40	5	60	5	10	30	23.8	25.0
Z1TL-4 Z2TL-4 Z3TL-4	250×(85+100)×85	450	40	5	40	5	10	30	12.3	13.0

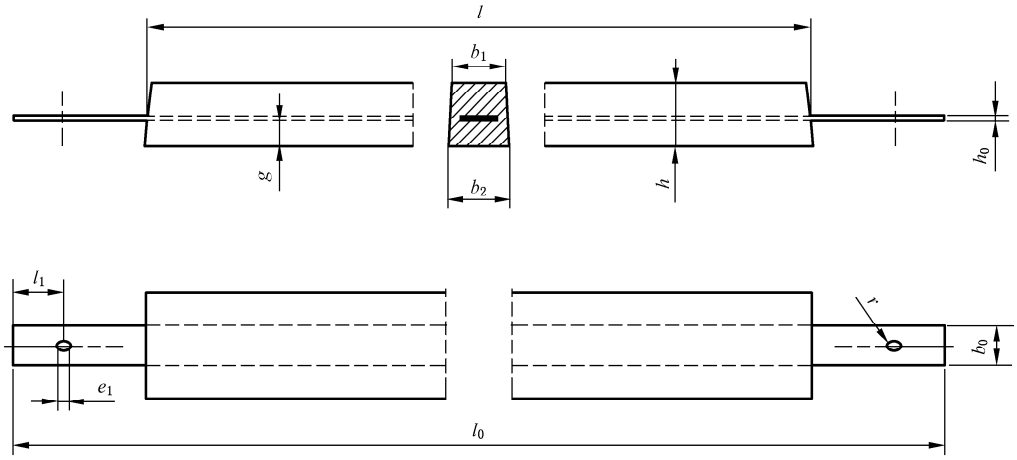


图 6　液舱用螺栓连接式锌阳极结构示意图

5.3.3　港工和海洋工程设施用锌阳极的型号和参数见表 8 和表 9，结构型式见图 7 和图 8。

表 8　港工和海洋工程设施用单铁脚焊接式锌阳极(螺纹钢铁脚)

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm			净重 kg	毛重 kg
	$l\times(b_1+b_2)\times h$	l_0	d	g		
Z1IS-1 Z2IS-1 Z3IS-1	1 000×(115+135)×130	1 250	18	45	111.6	115.0
Z1IS-2 Z2IS-2 Z3IS-2	750×(115+135)×130	1 000	16	45	83.0	85.0
Z1IS-3 Z2IS-3 Z3IS-3	500×(115+135)×130	750	16	45	55.0	56.0
Z1IS-4 Z2IS-4 Z3IS-4	500×(105+135)×100	750	16	35	38.6	40.0

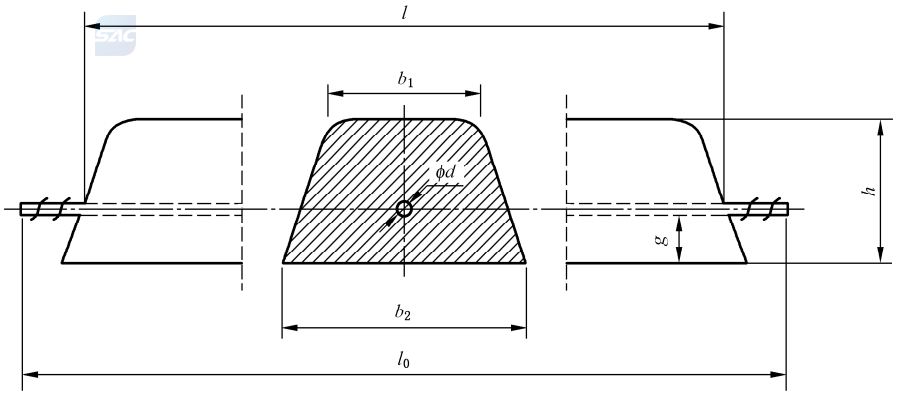


图 7　港工和海洋工程设施用单铁脚焊接式锌阳极结构示意图(螺纹钢铁脚)

表 9　港工和海洋工程设施用单铁脚焊接式锌阳极(扁钢铁脚)

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm				净重 kg	毛重 kg
	$l\times(b_1+b_2)\times h$	l_0	b_0	h_0	g		
Z1IS-5 Z2IS-5 Z3IS-5	1 000×(115+135)×130	1 250	40	8	45	111.6	115.0
Z1IS-6 Z2IS-6 Z3IS-6	750×(115+135)×130	1 000	40	8	45	83.0	85.0
Z1IS-7 Z2IS-7 Z3IS-7	500×(115+135)×130	750	40	6	45	55.0	56.0
Z1IS-8 Z2IS-8 Z3IS-8	500×(105+135)×100	750	40	6	35	38.6	40.0

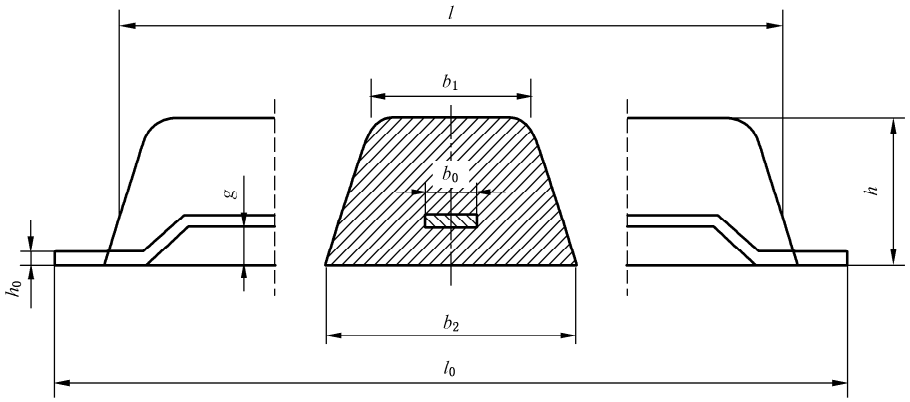


图 8　港工和海洋工程设施、海水冷却水系统用单铁脚焊接式锌阳极结构示意图(扁钢铁脚)

5.3.4　海水冷却水系统用锌阳极的型号和参数见表 10 和表 11,结构型式见图 8 和图 9。

表 10　海水冷却水系统用单铁脚焊接式锌阳极(扁钢铁脚)

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm				净重 kg	毛重 kg
	$l\times(b_1+b_2)\times h$	l_0	b_0	h_0	g		
Z1ES-1 Z2ES-1 Z3ES-1	500×(115+135)×130	620	50	6	8～10	54.5	56.0
Z1ES-2 Z2ES-2 Z3ES-2	1 000×(80+100)×80	1200	30	6	6～8	49.0	50.0
Z1ES-3 Z2ES-3 Z3ES-3	500×(105+135)×100	620	40	6	8～10	39.0	40.0
Z1ES-4 Z2ES-4 Z3ES-4	500×(80+100)×80	620	30	4	6～8	24.4	25.0
Z1ES-5 Z2ES-5 Z3ES-5	400×(110+120)×50	500	35	4	5～6	15.4	16.0
Z1ES-6 Z2ES-6 Z3ES-6	300×(140+160)×40	360	60	4	5～6	12.0	12.5
Z1ES-7 Z2ES-7 Z3ES-7	200×(90+110)×40	250	30	3	5～6	5.3	5.5

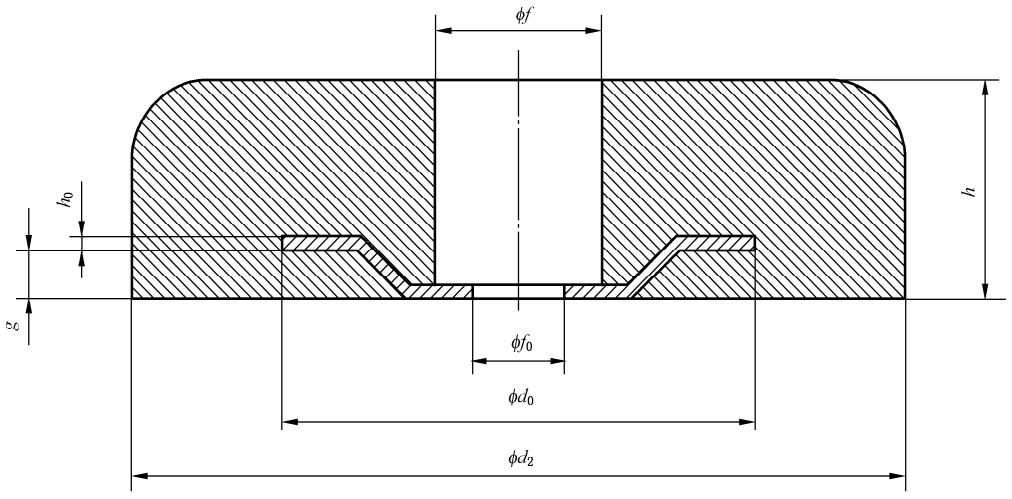


图 9　海水冷却水系统用圆盘状锌阳极结构示意图

表 11　海水冷却水系统用圆盘状锌阳极

型号	规格 mm		铁脚尺寸 mm				净重 kg	毛重 kg
	$d_2\times h$	f	d_0	f_0	g	h_0		
Z1EY-1 Z2EY-1 Z3EY-1	300×60	40	80	12	6～8	6	29.8	30.0
Z1EY-2 Z2EY-2 Z3EY-2	360×40	50	100	14	5～6	6	28.3	28.5
Z1EY-3 Z2EY-3 Z3EY-3	300×40	40	80	12	5～6	6	19.8	20.0
Z1EY-4 Z2EY-4 Z3EY-4	200×50	35	75	10	5～6	4	10.3	10.5
Z1EY-5 Z2EY-5 Z3EY-5	180×50	35	75	10	5～6	4	8.3	8.5
Z1EY-6 Z2EY-6 Z3EY-6	120×100	30	75	10	8～10	4	7.3	7.5

5.3.5　储罐用锌阳极的型号和参数见表 12 和表 13，结构型式见图 10 和图 11。

表 12　储罐用单铁脚焊接式锌阳极

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm			净重 kg	毛重 kg
	$l\times(b_1+b_2)\times h$	l_0	d	g		
Z1CS-1 Z2CS-1 Z3CS-1	750×(115+135)×130	900	16	8～10	82.0	85.0
Z1CS-2 Z2CS-2 Z3CS-2	500×(115+135)×130	650	16	8～10	55.0	56.0

表 12　储罐用单铁脚焊接式锌阳极（续）

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm			净重 kg	毛重 kg
	$l\times(b_1+b_2)\times h$	l_0	d	g		
Z1CS-3 Z2CS-3 Z3CS-3	500×(105+135)×100	650	16	8～10	39.2	40.0
Z1CS-4 Z2CS-4 Z3CS-4	300×(105+135)×100	400	12	8～10	24.6	25.0

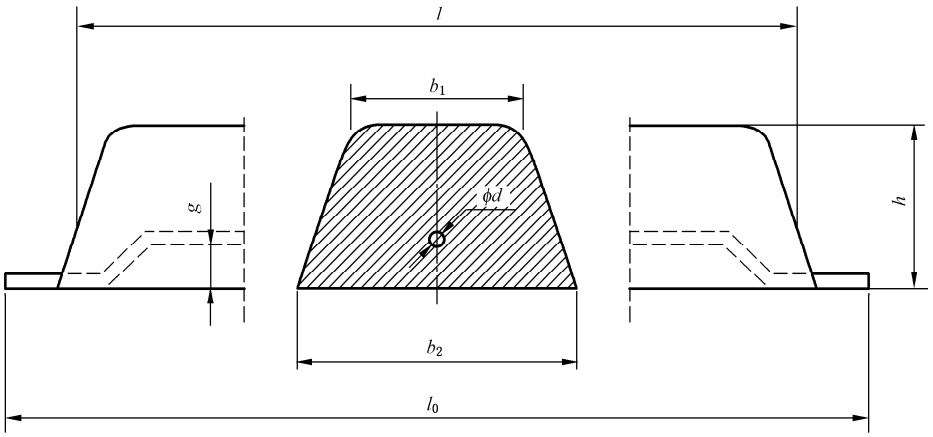


图 10　储罐用单铁脚焊接式锌阳极结构示意图

表 13　储罐用带状锌阳极

型号	规格 mm	卷长 m	钢芯直径 mm	卷内径 mm	单重 kg/m	卷重量 kg
	$b_3\times b_4$	l_2	d	d_1		
Z1CR-1 Z2CR-1 Z3CR-1	25.40×31.75	30.5	4.70	850～950	3.572	108.9
Z1CR-2 Z2CR-2 Z3CR-2	15.88×22.23	61	3.43	550～600	1.782	108.9
Z1CR-3 Z2CR-3 Z3CR-3	12.70×14.28	152	3.30	300～350	0.893	135.7
Z1CR-4 Z2CR-4 Z3CR-4	8.73×10.32	305	2.92	300～350	0.372	113.5

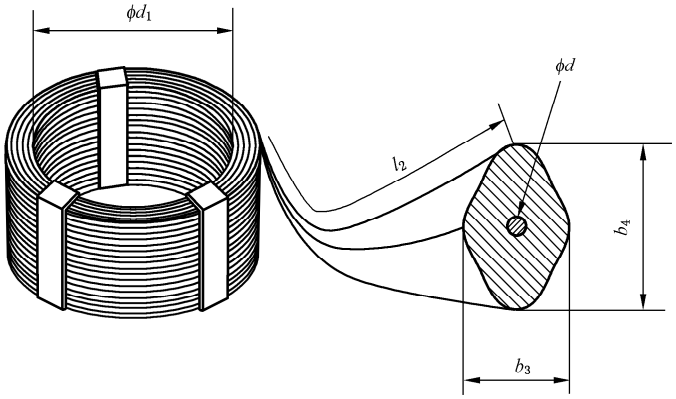


图 11　储罐和埋地管线用带状锌阳极结构示意图

5.3.6　埋地管线用锌阳极的型号和参数见表 14 和表 15，结构型式见图 11 和图 12。

表 14　埋地管线用单铁脚焊接式锌阳极

型号	规格 mm	铁脚尺寸 mm				净重 kg	毛重 kg
	$l\times(b_1+b_2)\times h$	l_0	e	d	g		
Z1PS-1 Z2PS-1 Z3PS-1	1 000×(78+88)×85	700	100	16	30	49.0	50.0
Z1PS-2 Z2PS-2 Z3PS-2	1 000×(65+75)×65	700	100	16	25	32.0	33.0
Z1PS-3 Z2PS-3 Z3PS-3	800×(60+80)×65	600	100	12	25	24.5	25.0
Z1PS-4 Z2PS-4 Z3PS-4	800×(55+64)×60	500	100	12	20	21.5	22.0
Z1PS-5 Z2PS-5 Z3PS-5	650×(58+64)×60	400	100	12	20	17.6	18.0
Z1PS-6 Z2PS-6 Z3PS-6	550×(58+64)×60	400	100	12	20	14.6	15.0
Z1PS-7 Z2PS-7 Z3PS-7	600×(52+56)×54	460	100	12	15	12.0	12.5
Z1PS-8 Z2PS-8 Z3PS-8	600×(40+48)×45	360	100	12	15	8.7	9.0

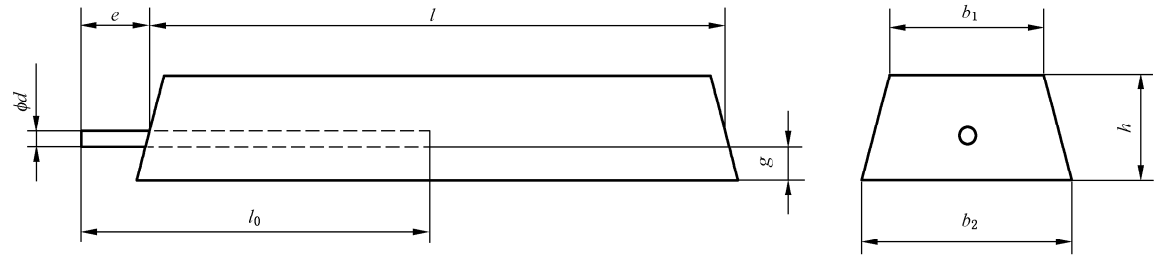


图 12　埋地管线用单铁脚焊接式锌阳极结构示意图

表 15　埋地管线用带状锌阳极

型号	规格 mm	卷长 m	钢芯直径 mm	卷内径 mm	单重 kg/m	卷重量 kg
	$b_1 \times b_2$	l	d	D		
Z1PR-1 Z2PR-1 Z3PR-1	25.40×31.75	30.5	4.70	850～950	3.572	108.9
Z1PR-2 Z2PR-2 Z3PR-2	15.88×22.23	61	3.43	550～600	1.782	108.9
Z1PR-3 Z2PR-3 Z3PR-3	12.70×14.28	152	3.30	300～350	0.893	135.7
Z1PR-4 Z2PR-4 Z3PR-4	8.73×10.32	305	2.92	300～350	0.372	113.5

6　要求

6.1　原材料

6.1.1　原材料锌纯度应不低于 GB/T 470—2008 的 3.2 中牌号 Zn99.99 的规定。

6.1.2　原材料铝宜采用纯度不低于 GB/T 1196—2017 的 3.2 中牌号 Al99.70 的铝锭。

6.1.3　原材料镉宜采用纯度不低于 YS/T 72—2014 的 3.2 中牌号 Cd99.99 的镉锭。

6.2　化学成分

锌阳极的化学成分(质量分数)应符合表 16 的规定。

表 16　化学成分

%

种类	Al	Cd	杂质元素				Zn
			Pb	Cu	Fe	其他	
Ⅰ型	0.3～0.6	0.05～0.12	≤0.006	≤0.005	≤0.005	Si≤0.125	余量
Ⅱ型	0.1～0.5	0.025～0.07	≤0.006	≤0.005	≤0.005	≤0.1	余量
Ⅲ型	≤0.005	≤0.003	≤0.003	≤0.002	≤0.001 4	≤0.005	余量

6.3　电化学性能

锌阳极的电化学性能应符合表 17 的规定。

表 17　电化学性能

种类	介质	开路电位 V	工作电位 V	实际电容量 A·h/kg	电流效率 %	消耗率 kg/(A·a)	溶解性能
Ⅰ型、Ⅱ型	海水	≤−1.05	≤−1.00	≥780	≥95	≤11.23	表面溶解均匀，腐蚀产物容易脱落
	土壤	≤−1.05	≤−1.03	≥530	≥65	≤16.53	
	海泥	≤−1.05	≤−0.99	≥750	≥90	≤11.68	
Ⅲ型	海水	≤−1.05	≤−1.00	≥760	≥92	≤11.53	

注 1：参比电极—饱和甘汞电极。

注 2：介质—海水介质采用人造海水或天然海水；土壤介质采用潮湿土壤，且阳极周围添加填充料；海泥采用天然海泥或模拟电解液。介质温度为常温。

注 3：工作电流密度—海水和海泥介质中取 1 mA/cm^2，土壤介质中为 0.03 mA/cm^2。

6.4　表面质量

6.4.1　锌阳极的工作面可为铸造面，工作面应保持干净，不应沾有油漆和油污等。

6.4.2　锌阳极的工作面应无氧化渣、毛刺、飞边、裂纹等缺陷。

6.4.3　锌阳极的工作面允许有铸造缩孔，数量不超过 2 个，孔径不大于 10 mm，最大深度应不超过 10 mm，且不超过锌阳极厚度的 10%。

6.4.4　锌阳极的非工作面应平整，宜在非工作面均匀涂刷有机涂料或加装其他绝缘层。

6.5　铁脚

6.5.1　材质

6.5.1.1　钢筋铁脚

采用带肋钢筋制造。钢筋成分、尺寸及外形应符合 GB/T 1499.2 的规定。

6.5.1.2　板状铁脚

采用碳素结构钢制造。钢的成分、尺寸应符合 GB/T 700 的规定。

6.5.2 表面处理

铁脚表面应清洁无锈，经镀锌或喷砂处理，镀锌层质量应符合 CB/T 3764 的规定，喷砂处理应满足 GB/T 8923.1—2011 中 Sa2 的要求。

6.6 接触电阻

阳极体与铁脚之间的接触电阻应不大于 0.001Ω。

6.7 重量和尺寸

6.7.1 重量偏差

6.7.1.1 锌阳极的每块允许毛重偏差为±3%，每批次锌阳极的总重量不应出现负偏差。

6.7.1.2 带状锌阳极的每米允许毛重偏差为±5%，每卷带状锌阳极的总重量不应出现负偏差。

6.7.2 尺寸偏差

6.7.2.1 锌阳极(带状除外)的每块允许长度偏差为±2%，宽度偏差为±3%，厚度偏差为±5%，直线度不大于 2%。

6.7.2.2 带状锌阳极的截面尺寸允许偏差为±1 mm，钢芯直径允许偏差为±0.4 mm，钢芯同心度偏差不大于 2 mm，每卷带状锌阳极的总长度不应出现负偏差。

7 试验方法

7.1 原材料

原材料通过查验质量证明文件进行检验。

7.2 化学成分

化学成分分析按附录 A 的规定进行。

7.3 电化学性能

电化学性能试验按 GB/T 17848 的规定进行。

7.4 表面质量

锌阳极表面质量采用目测法进行检验。

7.5 接触电阻

阳极体与铁脚间的接触电阻的测量按附录 B 的规定进行。

7.6 重量和尺寸

重量用磅秤检验，尺寸用钢板尺、卷尺或卡尺检验。带状阳极的同心度偏差采用卡尺分别测量阳极截面铁芯到对角线顶点的差值表示。

8 检验规则

8.1 检验分类

锌阳极的检验分为型式检验和出厂检验。

8.2 型式检验

8.2.1 检验时机

锌阳极产品有下列情况之一时，应进行型式检验：

a) 新产品设计定型；
b) 产品转厂生产制造；
c) 材料或工艺有重大改变足以影响产品性能；
d) 出厂检验结果与上一次型式检验的结果存在较大差别；
e) 上级质量检验部门提出检验。

8.2.2 检验项目

型式检验的检验项目见表 18。

表 18 检验项目

序号	检验项目	要求	试验方法	型式检验	出厂检验
1	原材料	6.1	7.1	●	—
2	化学成分	6.2	附录 A	●	●
3	电化学性能	6.3	7.3	●	○
4	表面质量	6.4	7.4	●	●
5	接触电阻	6.6	附录 B	●	○
6	重量和尺寸	6.7	7.6	●	●
注：●为必检项目，○为可选项目，—为不检项目。					

8.2.3 样品数量和试样要求

8.2.3.1 带状锌阳极的样品数量为 1 卷，其他结构型式锌阳极的样品数量不少于 3 块。

8.2.3.2 进行化学成分分析时，从锌阳极上取 3 份试样进行化学成分分析，取样部位应避开铁芯和浇铸口，每份试样不小于 20 g，取样用的钻头或刀具应清洁干净，试样中不应混入杂质。

8.2.3.3 进行表面质量检验、重量和尺寸检验、接触电阻检验时，应至少使用 3 个试样。

8.2.3.4 进行电化学性能检验时，试样数量和要求按 GB/T 17848 的规定。

8.2.4 判定规则

检验项目中有任意一项不符合要求，则判定该型式检验不合格。

8.3 出厂检验

8.3.1 每批产品出厂前均应进行出厂检验，并提供产品质量证书。

8.3.2 出厂检验的检验项目见表18。

8.3.3 组批规则

采用同一批号原材料,同一工艺生产线所生产的锌阳极为一批。

8.3.4 样品数量

8.3.4.1 进行化学成分分析时,每批锌阳极应于炉前或产品上分别取3个试样进行化学成分分析。炉前取样时,从熔炼炉上下取浇铸液制备试样;产品上取样时,随机任意抽检3个阳极产品,分别在每个阳极产品上取1份分析试样,取样部位应避开铁芯和浇铸口。每个试样上的取样量为20 g以上的碎屑或试块,取样用的钻头或刀具应清洁干净,试样中不应混入杂质。

8.3.4.2 进行重量和尺寸检验时,在同批、同一规格型号的锌阳极中,随机任取10个锌阳极产品测定其重量和外形尺寸。

8.3.4.3 锌阳极的表面质量应逐个进行检验。

8.3.4.4 进行电化学性能检验时,每次电化学性能试验应至少使用3个试样。试样可于炉前取锌阳极浇铸液单独制作,也可从产品上切割。试样可分别取自不同炉次的阳极。

8.3.4.5 进行接触电阻检验时,每5批锌阳极随机任取3个锌阳极产品作为试样,测量阳极体与铁脚间的接触电阻。

8.3.5 判定规则

8.3.5.1 表面质量检验的不合格产品按个处理。

8.3.5.2 检验其他项目时若有一个样品不符合要求,应加倍抽样检验。若仍有不符合要求的,则判定该批产品不合格。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 标志

9.1.1 应在锌阳极背面打印标志,标志内容应至少包含阳极型号和生产批号。

9.1.2 宜在锌阳极的工作面浇铸或打印生产者或总经销商标志。

9.2 包装

9.2.1 锌阳极产品托盘打捆包装,应整齐牢固。

9.2.2 锌阳极产品木箱包装,应采用打包带加固。

9.2.3 包装箱内应附有质量证明书和装箱清单,质量证明书应注明:

a) 供方名称;
b) 产品名称和规格型号;
c) 批号;
d) 重量和件数;
e) 分析检验结果;
f) 出厂日期;
g) 本文件编号。

9.3 运输与贮存

9.3.1 锌阳极产品包装后应使用清洁的车厢运输,运输过程中不应沾污。

9.3.2 锌阳极产品宜贮存在干燥的室内库房。

附 录 A
（规范性）
锌合金牺牲阳极化学分析方法

A.1 概述

本附录适用于锌合金牺牲阳极中铝、镉、铅、铜、铁、硅含量的测定。测定范围见表 A.1。

表 A.1 测定范围

%

元素	测定范围(质量分数)			
	分光光度法	原子吸收光谱法	方波极谱法	电感耦合等离子体原子发射光谱法
铝	0.100～0.800	—	—	0.000 5～1.00
镉	—	0.050～0.200	0.050～0.200	0.000 5～0.250
铅	—	0.002 0～0.010	0.002 0～0.010	0.000 5～0.010
铜	0.001 0～0.010	0.001 0～0.010	—	0.000 5～0.010
铁	0.001 0～0.010	0.001 0～0.010	—	0.000 5～0.010
硅	0.020～0.200	—	—	0.002 0～0.200

A.2 总则

A.2.1 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯或优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水及其以上的水。

A.2.2 试样：按照 8.2.3.2 和 8.3.4.1 的规定制取试样，试样的厚度宜不大于 1 mm。

A.2.3 测定次数：独立地进行 2 次测定，取其平均值。

A.3 铝量的测定 铬天青 S 分光光度法

A.3.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，用硫脲、抗坏血酸作掩蔽剂，消除铜、铁的干扰。以六次甲基四胺作缓冲溶液，在 pH5.8 左右弱酸性介质中，铝(Ⅲ)与铬天青 S 形成紫红色络合物，于分光光度计 546 nm 波长处测定其吸光度。

A.3.2 试剂

A.3.2.1 盐酸(ρ1.19 g/mL)。

A.3.2.2 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

A.3.2.3 盐酸(1+1)。

A.3.2.4 盐酸(1+10)。

A.3.2.5 硫脲溶液(5 g/L)，用时配制。

A.3.2.6 抗坏血酸溶液(5 g/L)，用时配制。

A.3.2.7 氨水(1+10)。

A.3.2.8 缓冲溶液：称取 250 g 六次甲基四胺溶于水中，移至 1 000 mL 容量瓶中，加 10 mL 盐酸(A.3.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。

A.3.2.9 锌基体溶液：称取 1.000 g 纯锌(纯度不低于 99.99%)于 150 mL 锥形瓶中，加入 20 mL 盐酸(A.3.2.3)，加热溶解，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

A.3.2.10 铝标准储存溶液：称取 0.100 0 g 纯铝(纯度不低于 99.99%)于 300 mL 烧杯中，加 20 mL 水、2 g 氢氧化钠(固体)，待其溶解完全后，用盐酸(A.3.2.3)慢慢中和至出现沉淀并过量 20 mL。加热使溶液清澈。冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含0.1 mg铝。

A.3.2.11 铝标准溶液：移取 10.00 mL 铝标准储存溶液(A.3.2.10)于 500 mL 容量瓶中，加 10 mL 盐酸(A.3.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.002 mg 铝。

A.3.2.12 铬天青 S 溶液(2 g/L)：称取 0.2 g 铬天青 S 溶于 50 mL 无水乙醇中，用水稀释至 100 mL，混匀。

A.3.2.13 百里酚蓝溶液(1 g/L)。

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 试料

称取 0.10 g 试样，精确至 0.1 mg。

A.3.3.2 测定

A.3.3.2.1 将试料(A.3.3.1)置于 150 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 盐酸(A.3.2.3)，待反应缓慢时，加入几滴过氧化氢(A.3.2.2)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.3.3.2.2 移取 2.00 mL 试液(A.3.3.2.1)于 50 mL 容量瓶中。

A.3.3.2.3 加入 2 mL 硫脲溶液(A.3.2.5)、2 mL 抗坏血酸溶液(A.3.2.6)、1 滴百里酚蓝溶液(A.3.2.13)，滴加氨水(A.3.2.7)调至溶液恰至黄色，再滴加盐酸(A.3.2.4)调至红色刚出现，并过量1 mL 盐酸(A.3.2.4)。依次加 2.00 mL 铬天青 S 溶液(A.3.2.12)、10 mL 缓冲溶液(A.3.2.8)，用水稀释至刻度，混匀。放置 5 min。

A.3.3.2.4 底液空白：移取 2.00 mL 锌基体溶液(A.3.2.9)，于 50 mL 容量瓶中，以下按 A.3.3.2.3 操作。

A.3.3.2.5 取部分溶液(A.3.3.2.3)于 1 cm 比色皿中，以底液空白(A.3.3.2.4)为参比液，于分光光度计波长 546 nm 处测量吸光度。

A.3.3.2.6 从 A.3.3.3 中的工作曲线上查出相应的铝量。

A.3.3.3 工作曲线的绘制

于 8 个 50 mL 的容量瓶中，分别加入 2.00 mL 锌基体溶液(A.3.2.9)，依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铝标准溶液(A.3.2.11)，以下按 A.3.3.2.3 操作。用 1 cm 比色皿，以不加铝标准溶液的试液为参比液，于分光光度计波长 546 nm 处测量各溶液的吸光度。以铝量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

A.3.4 分析结果的计算与表示

按公式(A.1)计算铝的质量分数 $w(\mathrm{Al})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Al})=\frac{m_1}{1\ 000\times m_0\times V_1/V_0}\times 100 \quad \cdots\cdots(\mathrm{A.1})$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的分析试液中的铝量，单位为毫克(mg)；

V_1——移取试液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后三位。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.3.5 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 A.2 所列的允许差。

表 A.2 允许差

%

铝质量分数	允许差
0.100～0.300	0.010
>0.300～0.500	0.015
>0.500～0.800	0.020

A.4 镉量的测定

A.4.1 方法一 火焰原子吸收光谱法

A.4.1.1 原理

试料用盐酸和过氧化氢溶解，于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处，用空气-乙炔贫燃性火焰进行镉量测定。

A.4.1.2 试剂

A.4.1.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

A.4.1.2.2 盐酸(1+1)。

A.4.1.2.3 镉标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯镉(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加 25 mL 盐酸(A.4.1.2.2)，待其反应缓慢后，加入几滴过氧化氢(A.4.1.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

A.4.1.2.4 镉标准溶液：移取 20.00 mL 镉标准储存溶液(A.4.1.2.3)于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 0.1 mg 镉。

A.4.1.3 仪器

原子吸收光谱仪，附镉空心阴极灯。仪器的工作条件参见仪器说明书。仪器应满足以下所规定的检出限、精密度(以相对标准偏差表示)和工作曲线线性的性能要求。

a) 仪器的检出限：火焰法测定铜的检出限应不大于 0.02 μg/mL。

b) 仪器的精密度：火焰法测定铜的精密度应不大于 1.5%。

c) 工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

A.4.1.4 分析步骤

A.4.1.4.1 试料

称取 0.50 g 试样，精确至 0.1 mg。

A.4.1.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

A.4.1.4.3 测定

A.4.1.4.3.1 将试料(A.4.1.4.1)置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸(A.4.1.2.2)，待反应缓慢时，加入几滴过氧化氢(A.4.1.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.4.1.4.3.2 将试液(A.4.1.4.3.1)于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处，用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调节零点，测量试液的吸光度。

A.4.1.4.3.3 从 A.4.1.4.4 中的工作曲线上查出相应的镉量。

A.4.1.4.4 工作曲线的绘制

称取 0.500 g 纯锌(纯度不低于 99.99%)6 份，分别置于 6 个 200 mL 烧杯中，依次加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镉标准溶液(A.4.1.2.4)，以下按 A.4.1.4.3.1～A.4.1.4.3.2操作。扣除不加镉标准溶液的试液的吸光度，以镉为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

A.4.1.5 分析结果的计算与表示

按公式(A.2)计算镉的质量分数 $w(\mathrm{Cd})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Cd})=\frac{m_1-m_2}{m_0\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(\mathrm{A.2})$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的分析试液中的镉量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的镉量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后三位。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.4.2 方法二 方波极谱法

A.4.2.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，在 2 mol/L 盐酸底液中，镉有良好的还原波，用方波极谱法测定镉含量。

A.4.2.2 试剂

A.4.2.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

A.4.2.2.2 盐酸(1+1)。

A.4.2.2.3 盐酸(1+5)。

A.4.2.2.4 镉标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯镉(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加 25 mL 盐

酸(A.4.2.2.2),待其反应缓慢后,加入几滴过氧化氢(A.4.2.2.1),加热溶解完全后,煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

A.4.2.2.5 镉标准溶液:移取 20.00 mL 镉标准储存溶液(A.4.2.2.4)于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.1 mg 镉。

A.4.2.3 分析步骤

A.4.2.3.1 试料

称取 0.50 g 试样,精确至 0.1 mg。

A.4.2.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

A.4.2.3.3 测定

A.4.2.3.3.1 将试料(A.4.2.3.1)置于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(A.4.2.2.2),待反应缓慢时加入几滴过氧化氢(A.4.2.2.1),加热溶解完全后,蒸发至近干,稍冷后,加入 20 mL 盐酸(A.4.2.2.3)至溶解完全,移入 50 mL 容量瓶中,用盐酸(A.4.2.2.3)洗杯壁几次,洗液并入容量瓶中,用盐酸(A.4.2.2.3)稀释至刻度,混匀。

A.4.2.3.3.2 取部分试液(A.4.2.3.3.1)于极谱电解杯中,通氮气除氧 5 min,以滴汞电极为阴极,沾汞银片电极为阳极,在−0.35 V～−0.8 V,镉的峰电位为−0.66 V,选择适宜的仪器参数,记录镉的方波极谱图。

A.4.2.3.3.3 从 A.4.2.3.4 中的工作曲线上查出相应的镉量。

A.4.2.3.4 工作曲线的绘制

称取 0.500 g 纯锌(纯度不低于 99.99%)6 份,分别置于 6 个 200 mL 烧杯中,依次加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镉标准溶液(A.4.2.2.5),以下按 A.4.2.3.3.1～A.4.2.3.3.2操作。扣除不加镉标准溶液的试液的波高,以镉量为横坐标、波高为纵坐标,绘制工作曲线。

A.4.2.4 分析结果的计算与表示

按公式(A.3)计算镉的质量分数 $w(\mathrm{Cd})$,数值以%表示:

$$w(\mathrm{Cd})=\frac{m_1-m_2}{m_0\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(\mathrm{A.3})$$

式中:

m_1——从工作曲线上查得的分析试液中的镉量,单位为毫克(mg);

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的镉量,单位为毫克(mg);

m_0——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后三位。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.4.3 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 A.3 所列允许差。

表 A.3　允许差

%

镉质量分数	允许差
0.050～0.100	0.005
＞0.100～0.200	0.007

A.5　铅量的测定

A.5.1　方法一　石墨炉原子吸收光谱法

A.5.1.1　原理

试料用硝酸溶解，于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处，用石墨炉原子化器进行铅量测定。

A.5.1.2　试剂

A.5.1.2.1　硝酸(1＋2)。

A.5.1.2.2　铅标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯铅(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加 20 mL 硝酸(A.5.1.2.1)溶解，煮沸驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 铅。

A.5.1.2.3　铅标准溶液：移取 10.00 mL 铅标准储存溶液(A.5.1.2.2)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 g 铅。

A.5.1.3　仪器

原子吸收光谱仪(具有石墨炉原子化器)，附铅空心阴极灯。仪器的工作条件参见仪器说明书。仪器应满足以下所规定的检出限、精密度(以相对标准偏差表示)和工作曲线线性的性能要求。

a)　仪器的检出限：石墨炉法测定镉的检出限应不大于 4 pg。

b)　仪器的精密度：石墨炉法测定镉的精密度应不大于 7%。

c)　工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

A.5.1.4　分析步骤

A.5.1.4.1　试料

称取 0.50 g 试样，精确至 0.1 mg。

A.5.1.4.2　空白试验

随同试料做空白试验。

A.5.1.4.3　测定

A.5.1.4.3.1　将试料(A.5.1.4.1)置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(A.5.1.2.1)，缓慢加热溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.5.1.4.3.2　将试液(A.5.1.4.3.1)于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处，用石墨炉原子化器，测量试液的吸光度。

A.5.1.4.3.3　从 A.5.1.4.4 中的工作曲线上查出相应的铅量。

A.5.1.4.4　工作曲线的绘制

称取 0.500 g 纯锌(纯度不低于 99.99%)7 份,分别置于 7 个 200 mL 烧杯中,依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铅标准溶液(A.5.1.2.3),以下按A.5.1.4.3.1～A.5.1.4.3.2 操作。扣除不加铅标准溶液的试液的吸光度,以铅量为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

A.5.1.5　分析结果的计算与表示

按公式(A.4)计算铅的质量分数 $w(\mathrm{Pb})$,数值以%表示:

$$w(\mathrm{Pb})=\frac{m_1-m_2}{m_0\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(\mathrm{A.4})$$

式中:

m_1——从工作曲线上查得的分析试液中的铅量,单位为毫克(mg);

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铅量,单位为毫克(mg);

m_0——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.5.2　方法二　方波极谱法

A.5.2.1　原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后,在 2 mol/L 盐酸底液中,铅有良好的还原波,用方波极谱法测定铅含量。

A.5.2.2　试剂

A.5.2.2.1　过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

A.5.2.2.2　盐酸(1+1)。

A.5.2.2.3　盐酸(1+5)。

A.5.2.2.4　硝酸(1+2)。

A.5.2.2.5　铅标准储存溶液:称取 0.500 0 g 纯铅(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(A.5.2.2.4)溶解,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 铅。

A.5.2.2.6　铅标准溶液:移取 10.00 mL 铅标准储存溶液(A.5.2.2.5)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 铅。

A.5.2.3　分析步骤

A.5.2.3.1　试料

称取 0.50 g 试样,精确至 0.1 mg。

A.5.2.3.2　空白试验

随同试料做空白试验。

A.5.2.3.3　测定

A.5.2.3.3.1　将试料(A.5.2.3.1)置于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(A.5.2.2.2),待反应缓慢时,加

入几滴过氧化氢(A.5.2.2.1),加热溶解完全后,蒸发至近干,稍冷后,加 20 mL 盐酸(A.5.2.2.3)至溶解完全,移入 50 mL 容量瓶中,用盐酸(A.5.2.2.3)洗杯壁几次,洗液并入容量瓶中,用盐酸(A.5.2.2.3)稀释至刻度,混匀。

A.5.2.3.3.2 取部分试液(A.5.2.3.3.1)于极谱电解杯中,通氮气除氧 5 min,以滴汞电极为阴极,沾汞银片电极为阳极,在−0.35 V～−0.8 V,铅的峰电位为−0.46 V,选择适宜的仪器参数,记录铅的峰电位的方波极谱图。

A.5.2.3.3.3 从 A.5.2.3.4 中的工作曲线上查出相应的铅量。

A.5.2.3.4 工作曲线的绘制

称取 0.500 g 纯锌(纯度不低于 99.99%)6 份,分别置于 6 个 200 mL 烧杯中,依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铅标准溶液(A.5.2.2.6),以下按 A.5.2.3.3.1～A.5.2.3.3.2操作。扣除不加铅标准溶液的试液的波高,以铅量为横坐标、波高为纵坐标,绘制工作曲线。

A.5.2.4 分析结果的计算与表示

按公式(A.5)计算铅的质量分数 $w(\mathrm{Pb})$,数值以%表示:

$$w(\mathrm{Pb})=\frac{m_1-m_2}{m_0\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(\mathrm{A.5})$$

式中:

m_1——从工作曲线上查得的分析试液中的铅量,单位为毫克(mg);

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铅量,单位为毫克(mg);

m_0——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.5.3 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 A.4 所列允许差。

表 A.4 允许差

%

铅质量分数	允许差
0.002 0～0.005 0	0.000 5
>0.005 0～0.010	0.001 0

A.6 铜量的测定

A.6.1 方法一 火焰原子吸收光谱法

A.6.1.1 原理

试料用盐酸和过氧化氢溶解,于原子吸收光谱仪波长 324.8 nm 处,用空气-乙炔贫然性火焰进行铜量测定。

A.6.1.2 试剂

A.6.1.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

A.6.1.2.2 盐酸(1+1)。

A.6.1.2.3　硝酸(1+1)。

A.6.1.2.4　铜标准储存溶液:称取 0.100 0 g 纯铜(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中,加入10 mL 硝酸(A.6.1.2.3)加热溶解,驱除氮的氧化物,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铜。

A.6.1.2.5　铜标准溶液:移取 50.00 mL 铜标准储存溶液(A.6.1.2.4)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.05 mg 铜。

A.6.1.3　仪器

原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。仪器的工作条件参见仪器说明书。仪器应满足以下所规定的检出限、精密度(以相对标准偏差表示)和工作曲线线性的性能要求。

a)　仪器的检出限:火焰法测定铜的检出限不大于 0.02 μg/mL。

b)　仪器的精密度:火焰法测定铜的精密度应不大于 1.5%。

c)　工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

A.6.1.4　分析步骤

A.6.1.4.1　试料

称取 5.00 g 试样,精确至 0.1 mg。

A.6.1.4.2　空白试验

随同试料做空白试验。

A.6.1.4.3　测定

A.6.1.4.3.1　将试料(A.6.1.4.1)置于 300 mL 锥形瓶中,分数次加入 70 mL 盐酸(A.6.1.2.2),待剧烈作用停止后,滴加约 5 mL 过氧化氢(A.6.1.2.1),加热溶解完全后,煮沸使过量的过氧化氢分解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

A.6.1.4.3.2　将试液(A.6.1.4.3.1)于原子吸收光谱仪波长 324.8 nm 处,用空气-乙炔贫然性火焰,以水调节零点,测量试液的吸光度。

A.6.1.4.3.3　从 A.6.1.4.4 中的工作曲线上查出相应的铜量。

A.6.1.4.4　工作曲线的绘制

称取 5.000 g 纯锌(纯度不低于 99.99%)7 份,分别置于 7 个 300 mL 锥形瓶中,依次加入0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液(A.6.1.2.5),以下按 A.6.1.4.3.1～A.6.1.4.3.2操作。扣除不加铜标准溶液的试液的吸光度,以铜量为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

A.6.1.5　分析结果的计算与表示

按公式(A.6)计算铜的质量分数 $w(\mathrm{Cu})$,数值以%表示:

$$w(\mathrm{Cu})=\frac{m_1-m_2}{m_0\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(\mathrm{A.6})$$

式中:

m_1——从工作曲线上查得的分析试液中的铜量,单位为毫克(mg);

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铜量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.6.2 方法二 二乙基二硫代氨基甲酸钠-三氯甲烷萃取分光光度法

A.6.2.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，用乙二胺四乙酸二钠(以下简称 EDTA)和柠檬酸铵络合锌、铝、铁等金属离子，在 pH9～pH10 的氨性介质中，铜(Ⅱ)与二乙基二硫代氨基甲酸钠(以下简称 DDTC)生成黄色螯合物，用三氯甲烷萃取，于分光光度计 435 nm 波长处测定其吸光度。

A.6.2.2 试剂

A.6.2.2.1 氨水(ρ0.90 g/mL)。

A.6.2.2.2 三氯甲烷。

A.6.2.2.3 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

A.6.2.2.4 盐酸(1+1)。

A.6.2.2.5 EDTA 溶液(100 g/L)。

A.6.2.2.6 硝酸(1+1)。

A.6.2.2.7 柠檬酸铵溶液(500 g/L)。

A.6.2.2.8 氨水(1+1)。

A.6.2.2.9 铜标准储存溶液：称取 0.100 0 g 纯铜(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加入10 mL 硝酸(A.6.2.2.6)加热溶解，驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铜。

A.6.2.2.10 铜标准溶液：移取 5.00 mL 铜标准储存溶液(A.6.2.2.9)于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 0.002 mg 铜。

A.6.2.2.11 DDTC 溶液(2 g/L)：称取 0.2g DDTC[$(C_2H_5)_2NCS_2Na \cdot 3H_2O$]溶于 60 mL 水中，过滤，用水稀释至 100 mL，混匀。

A.6.2.2.12 甲酚红乙醇溶液(1 g/L)。

A.6.2.3 分析步骤

A.6.2.3.1 试料

称取 2.00 g 试样，精确至 0.1 mg。

A.6.2.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

A.6.2.3.3 测定

A.6.2.3.3.1 将试料(A.6.2.3.1)置于 250 mL 锥形瓶中，加入 25 mL 盐酸(A.6.2.2.4)，待反应缓慢时，加入 1 mL 过氧化氢(A.6.2.2.3)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.6.2.3.3.2 移取 10.00 mL 试液(A.6.2.3.3.1)于 125 mL 分液漏斗中，用水稀释至约 20 mL。

A.6.2.3.3.3 加入 5 mL 柠檬酸铵溶液(A.6.2.2.7)、3 mL EDTA 溶液(A.6.2.2.5)、2 滴甲酚红乙醇溶液(A.6.2.2.12)，用氨水(A.6.2.2.8)调至红色出现，再过量 2 mL 氨水(A.6.2.2.1)，加入2.0 mL DDTC 溶

液(A.6.2.2.11),摇匀后,加入 15 mL 三氯甲烷(A.6.2.2.2),振摇 2 min,静置分层后,将有机相干过滤于 25 mL 容量瓶中,再向分液漏斗中加入 5 mL 三氯甲烷(A.6.2.2.2),振摇1 min,静置分层后,将有机相合并于 25 mL 容量瓶中,用三氯甲烷(A.6.2.2.2)稀释至刻度,混匀。

A.6.2.3.3.4 取部分溶液(A.6.2.3.3.3)于 3 cm 或 5 cm 干燥的比色皿中,以三氯甲烷(A.6.2.2.2)为参比液,于分光光度计波长 435 nm 处测量其吸光度。

A.6.2.3.3.5 从 A.6.2.3.4 中的工作曲线上查出相应的铜量。

A.6.2.3.4 工作曲线的绘制

于 7 个 125 mL 分液漏斗中,依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液(A.6.2.2.10),用水稀释至 20 mL,以下按 A.6.2.3.3.3 操作。用 3 cm 或 5 cm 比色皿,以不加铜标准溶液的试液为参比液,于分光光度计波长 435 nm 处测量各溶液的吸光度。以铜量为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

A.6.2.4 分析结果的计算与表示

按公式(A.7)计算铜的质量分数 $w(\mathrm{Cu})$,数值以%表示:

$$w(\mathrm{Cu})=\frac{m_1-m_2}{1\ 000\times m_0\times V_1/V_0}\times 100 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots(\mathrm{A.7})$$

式中:

m_1——从工作曲线上查得的分析试液中的铜量,单位为毫克(mg);

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铜量,单位为毫克(mg);

V_1——移取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_0——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.6.3 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 A.5 所列的允许差。

表 A.5 允许差

%

铜质量分数	允许差
0.001 0～0.003 0	0.000 2
>0.003 0～0.005 0	0.000 5
>0.005 0～0.010	0.001 0

A.7 铁量的测定

A.7.1 方法一 邻二氮杂菲分光光度法

A.7.1.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后,用盐酸羟胺和乙二胺四乙酸二钠(以下简称 EDTA)还原铁并掩蔽锌等元素,用氨水和乙酸调节 pH 值后,二价铁离子与邻二氮杂菲显色,于分光光度计 510 nm 波长处测定其吸光度。

A.7.1.2 试剂

A.7.1.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

A.7.1.2.2 氨水(ρ0.90 g/mL)。

A.7.1.2.3 盐酸(1+1)。

A.7.1.2.4 硝酸(1+1)。

A.7.1.2.5 EDTA 溶液(100 g/L)。

A.7.1.2.6 盐酸羟胺溶液(100 g/L),使用时配制。

A.7.1.2.7 氨水(1+3)。

A.7.1.2.8 乙酸(1+9)。

A.7.1.2.9 铁标准储存溶液:称取 0.100 0 g 纯铁(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(A.7.1.2.4)溶解,加热驱除氮的氧化物,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铁。

A.7.1.2.10 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准储存溶液(A.7.1.2.9)于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.005 mg 铁。

A.7.1.2.11 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L):称取 1.25g 邻二氮杂菲($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)溶于 10 mL 无水乙醇中,用水稀释至 500 mL,混匀。

A.7.1.2.12 酚酞溶液(1 g/L):称取 0.1g 酚酞,溶解于 90 mL 无水乙醇中,用水稀释至 100 mL,混匀。

A.7.1.3 分析步骤

A.7.1.3.1 试料

称取 2.50 g 试样,精确至 0.1 mg。

A.7.1.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

A.7.1.3.3 测定

A.7.1.3.3.1 将试料(A.7.1.3.1)置于 250 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 盐酸(A.7.1.2.3),待反应缓慢时,加入 1 mL 过氧化氢(A.7.1.2.1),加热溶解完全后,煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温,移入 100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

A.7.1.3.3.2 移取 10.00 mL 试液(A.7.1.3.3.1)两份,分别置于 100 mL 烧杯,一份作为显色液,一份作为底液空白。

a) 显色液:加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(A.7.1.2.6)、20 mL EDTA 溶液(A.7.1.2.5)、3 滴酚酞溶液(A.7.1.2.12),滴加氨水(A.7.1.2.2 或 A.7.1.2.7)中和至溶液呈微红色后,滴加乙酸(A.7.1.2.8)调节 pH 值为 7.0～7.5,加入 10 mL 邻二氮杂菲溶液(A.7.1.2.11),移入50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,放置 10 min。

b) 底液空白:加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(A.7.1.2.6)、20 mL EDTA 溶液(A.7.1.2.5)、3 滴酚酞溶液(A.7.1.2.12),滴加氨水(A.7.1.2.2 或 A.7.1.2.7)中和至溶液呈微红色后,滴加乙酸(A.7.1.2.8)调节 pH 值为 7.0～7.5,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,放置 10 min。

A.7.1.3.3.3 取显色液[A.7.1.3.3.2 a)]于 5 cm 比色皿中,以底液空白液[A.7.1.3.3.2 b)]为参比液,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。

A.7.1.3.3.4 从 A.7.1.3.4 中的工作曲线上查出相应的铁量。

A.7.1.3.4 工作曲线的绘制

于 7 个 100 mL 容量瓶中，依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL铁标准溶液(A.7.1.2.10)，按 A.7.1.3.3.2 操作。用 5 cm 比色皿，以不加铁标准溶液的试液为参比液，于分光光度计波长 510 nm 处测量各溶液的吸光度。以铁量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

A.7.1.4 分析结果的计算与表示

按公式(A.8)计算铁的质量分数 $w(\mathrm{Fe})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Fe})=\frac{m_1-m_2}{1\,000\times m_0\times V_1/V_0}\times 100 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots(\mathrm{A.8})$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的分析试液中的铁量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铁量，单位为毫克(mg)；

V_1——移取试液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.7.2 方法二 火焰原子吸收光谱法

A.7.2.1 原理

试料用盐酸和过氧化氢溶解，于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处，用空气-乙炔贫燃性火焰进行铁量测定。

A.7.2.2 试剂

A.7.2.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

A.7.2.2.2 硝酸(1+1)。

A.7.2.2.3 盐酸(1+1)。

A.7.2.2.4 铁标准储存溶液：称取 0.100 0 g 纯铁(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加 10 mL 硝酸(A.7.2.2.2)溶解，加热驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铁。

A.7.2.2.5 铁标准溶液：移取 50.00 mL 铁标准储存溶液(A.7.2.2.4)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 铁。

A.7.2.3 仪器

原子吸收光谱仪，附铁空心阴极灯。仪器的工作条件参见仪器说明书。仪器应满足以下所规定的检出限、精密度(以相对标准偏差表示)和工作曲线线性的性能要求。

a) 仪器的检出限：火焰法测定铜的检出限不大于 0.02 μg/mL。

b) 仪器的精密度：火焰法测定铜的精密度应不大于 1.5%。

c) 工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

A.7.2.4 分析步骤

A.7.2.4.1 试料

称取 5.00 g 试样，精确至 0.1 mg。

A.7.2.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

A.7.2.4.3 测定

A.7.2.4.3.1 将试料(A.7.2.4.1)置于 300 mL 锥形瓶中，分数次加入 70 mL 盐酸(A.7.2.2.3)，待剧烈作用停止后，滴加约 5 mL 过氧化氢(A.7.2.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.7.2.4.3.2 将试液(A.7.2.4.3.1)于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处，用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调节零点，测量试液的吸光度。

A.7.2.4.3.3 从 A.7.2.4.4 中的工作曲线上查出相应的铁量。

A.7.2.4.4 工作曲线的绘制

称取 5.000 g 纯锌(纯度不低于 99.99%)7 份，分别置于 7 个 300 mL 锥形瓶中，依次加入0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液(A.7.2.2.5)，以下按 A.7.2.4.3.1～A.7.2.4.3.2 操作。扣除不加铁标准溶液的试液的吸光度，以铁量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

A.7.2.5 分析结果的计算与表示

按公式(A.9)计算铁的质量分数 $w(\mathrm{Fe})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Fe})=\frac{m_1-m_2}{m_0\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(\mathrm{A.9})$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的分析试液中的铁量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铁量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.7.3 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 A.6 所列允许差。

表 A.6 允许差

%

铁质量分数	允许差
0.001 0～0.003 0	0.000 2
>0.003 0～0.005 0	0.000 5
>0.005 0～0.010	0.000 7

A.8 硅量的测定

A.8.1 方法一 草酸铵-硫酸亚铁铵硅钼蓝光度法

A.8.1.1 原理

试料经硝酸和氢氟酸溶解后，在微酸性溶液中，硅与钼酸铵生成硅钼杂多酸，用硫酸提高酸度，在草酸铵存在下，以硫酸亚铁铵还原成硅钼蓝，于分光光度计 660 nm 波长处测定其吸光度。

A.8.1.2 试剂

A.8.1.2.1 无水碳酸钠(优级纯)。

A.8.1.2.2 硫酸(ρ1.84 g/mL)。

A.8.1.2.3 氢氟酸(ρ1.15 g/mL)

A.8.1.2.4 硝酸(1+3)。

A.8.1.2.5 硫酸(1+1)。

A.8.1.2.6 脲溶液(100 g/L)。

A.8.1.2.7 硼酸饱和溶液：称取 60 g 硼酸，溶解于 1 000 mL 热水中，冷却至室温。

A.8.1.2.8 钼酸铵溶液(50 g/L)：称取 5 g 钼酸铵[$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$]溶解于温水中，用致密滤纸过滤，用水稀释至 100 mL，混匀，溶液贮于塑料瓶中。

A.8.1.2.9 草酸铵溶液(30 g/L)：于 700 mL 水中缓缓加入 250 mL 硫酸(A.8.1.2.2)，搅匀，加入30 g草酸铵，搅拌至草酸铵溶解。冷却至室温，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

A.8.1.2.10 硫酸亚铁铵溶液(60 g/L，使用时配制)：称取 6 g 硫酸亚铁铵[$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2\cdot 6H_2O$]溶解于 80 mL 水中，加 6 滴硫酸(A.8.1.2.5)至溶液澄清透明，过滤，用水稀释至 100 mL，混匀。

A.8.1.2.11 硅标准储存溶液：称取 0.534 9 g 二氧化硅(二氧化硅的质量分数不小于 99.95%)，置于已盛有 4 g 无水碳酸钠(A.8.1.2.1)的铂坩埚中，上面再覆盖 1 g～2 g 无水碳酸钠(A.8.1.2.1)，将铂坩埚置于马弗炉中逐渐升温至 950 ℃熔融至透明，继续加热熔融 3 min，取出冷却，用盛有温水的银质(或塑料)烧杯浸出熔块至完全溶解，用水冲净坩埚，冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。溶液贮于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 硅。

A.8.1.2.12 硅标准溶液：移取 20.00 mL 硅标准储存溶液(A.8.1.2.11)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。溶液贮于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 硅。

A.8.1.3 分析步骤

A.8.1.3.1 试料

称取 0.50 g 试样，精确至 0.1 mg。

A.8.1.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

A.8.1.3.3 测定

A.8.1.3.3.1 将试料(A.8.1.3.1)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 15 mL 硝酸(A.8.1.2.4)，低温加热溶解，稍冷，用塑料滴管滴加 6 滴氢氟酸(A.8.1.2.3)，加入 10 mL 脲溶液(A.8.1.2.6)，加20 mL硼酸饱和溶液(A.8.1.2.7)，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入塑料瓶中存放。

A.8.1.3.3.2 显色液：移取 10.00 mL 试液(A.8.1.3.3.1)于 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 钼酸铵溶液

(A.8.1.2.8),在沸水中加热 30 s 后流水冷却(或室温中放置 30 min),加入 10 mL 草酸铵溶液(A.8.1.2.9),混匀,随即加 5 mL 硫酸亚铁铵溶液(A.8.1.2.10),用水稀释至刻度,混匀,放置 5 min。

A.8.1.3.3.3 底液空白:移取 10.00 mL 试液(A.8.1.3.3.1)于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 草酸铵溶液(A.8.1.2.9)、5 mL 钼酸铵溶液(A.8.1.2.8)及 5 mL 硫酸亚铁铵溶液(A.8.1.2.10),用水稀释至刻度,混匀。

A.8.1.3.3.4 取显色液(A.8.1.3.3.2)于 2 cm 比色皿中,以底液空白液(A.8.1.3.3.3)为参比液,于分光光度计波长 660 nm 处测量吸光度。

A.8.1.3.3.5 从 A.8.1.3.4 中的工作曲线上查出相应的硅量。

A.8.1.3.4 工作曲线的绘制

称取 0.500 g 纯锌(纯度不低于 99.99%)7 份,分别置于 7 个聚四氟乙烯烧杯中,依次加入0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 硅标准溶液(A.8.1.2.12),以下按 A.8.1.3.3.1～A.8.1.3.3.2 操作。用 2 cm 比色皿,以不加硅标准溶液的试液为参比液,于分光光度计波长 660 nm 处测量各溶液的吸光度。以硅量为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

A.8.1.4 分析结果的计算与表示

按公式(A.10)计算硅的质量分数 $w(\mathrm{Si})$,数值以%表示:

$$w(\mathrm{Si})=\frac{m_1-m_2}{m_0\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(\mathrm{A.10})$$

式中:

m_1——从工作曲线上查得的分析试液中的硅量,单位为毫克(mg);

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的硅量,单位为毫克(mg);

m_0——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后三位。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.8.1.5 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 A.7 所列允许差。

表 A.7 允许差

%

硅质量分数	允许差
0.020～0.050	0.005
>0.050～0.100	0.007
>0.100～0.200	0.015

A.8.2 方法二 电感耦合等离子体原子发射光谱法

A.8.2.1 原理

试料经盐酸、硝酸及氢氟酸溶解后,溶液以氩等离子体光源激发,进行光谱测定。

A.8.2.2 试剂

A.8.2.2.1 盐酸(1+1)。

A.8.2.2.2　硝酸(1+1)。

A.8.2.2.3　氢氟酸(ρ1.15 g/mL)。

A.8.2.2.4　混合酸:3 份盐酸(A.8.2.2.1)和 1 份硝酸(A.8.2.2.2)混合。

A.8.2.2.5　纯锌(纯度不低于 99.99%)。

A.8.2.2.6　硅标准储存溶液:市售国家级标准溶液。此溶液 1 mL 含 500 μg 硅。

A.8.2.2.7　硅标准溶液 A:移取 10.00 mL 硅标准储存溶液(A.8.2.2.6)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 硅。

A.8.2.2.8　硅标准溶液 B:移取 10.00 mL 硅标准溶液 A(A.8.2.2.7)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 硅。

A.8.2.2.9　氩气(纯度不低于 99.99%)。

A.8.2.3　仪器

使用经过检定或校准合格的电感耦合等离子体原子发射光谱仪,该仪器应配置耐氢氟酸进样系统。

A.8.2.4　分析步骤

A.8.2.4.1　试料

按表 A.8 称取试样,精确至 0.1 mg。

表 A.8　样品量

硅质量分数/%	试料/g	试液体积/mL
0.002 0～0.020	0.50	100
0.020～0.200	0.10	100

A.8.2.4.2　空白试验

称取与试料相同量的纯锌,随同试料做空白试验。

A.8.2.4.3　分析试液的制备

将试料(A.8.2.4.1)置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 25 mL 混合酸(A.8.2.2.4),待剧烈反应停止后,低温加热至溶解完全,稍冷,用塑料滴管滴加 6 滴氢氟酸(A.8.2.2.3)。冷却至室温,转移至 100 mL容量瓶中用水稀释至刻度,混匀。移入塑料瓶中存放。

A.8.2.4.4　系列校准溶液的配制

A.8.2.4.4.1　硅质量分数为 0.002 0%～<0.020%

称取 0.500 g 纯锌(A.8.2.2.5)分别置于 6 个 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 25 mL 混合酸(A.8.2.2.4),待剧烈反应停止后,低温加热至溶解完全,稍冷,用塑料滴管滴加 6 滴氢氟酸(A.8.2.2.3)。冷却至室温,转移至 100 mL 容量瓶,按表 A.9 分别加入硅标准溶液 B(A.8.2.2.8),用水稀释至刻度,混匀。移入塑料瓶中存放。根据被测元素的含量范围,上述校准溶液的数量、浓度及配制方式可适当调整。

表 A.9　系列校准溶液的配制方式(硅质量分数为 0.002 0%～<0.020%)

标准溶液编号	S1-0	S1-1	S1-2	S1-3	S1-4	S1-5
加入硅标准溶液的体积/mL	0	2.00	5.00	10.00	15.00	20.00
校准溶液中硅的质量/μg	0	10	25	50	75	100
校准溶液中硅的质量浓度/(μg/mL)	0	0.10	0.25	0.50	0.75	1.00
相应试料中硅的质量分数/%	0	0.002 0	0.005 0	0.010	0.015	0.020

A.8.2.4.4.2　硅质量分数为 0.020%～0.200%

称取 0.100 g 纯锌(A.8.2.2.5)分别置于 7 个 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 25 mL 混合酸(A.8.2.2.4),待剧烈反应停止后,低温加热至溶解完全,稍冷,用塑料滴管滴加 6 滴氢氟酸(A.8.2.2.3)。冷却至室温,转移至 100 mL 容量瓶,按表 A.10 分别加入硅标准溶液 B(A.8.2.2.8),用水稀释至刻度,混匀。移入塑料瓶中存放。根据被测元素的含量范围,上述校准溶液的数量、浓度及配制方式可适当调整。

表 A.10　系列校准溶液的配制方式(硅质量分数为 0.020%～0.200%)

标准溶液编号	S2-0	S2-1	S2-2	S2-3	S2-4	S2-5	S2-6
加入硅标准溶液的体积/mL	0	3.00	5.00	10.00	20.00	30.00	40.00
校准溶液中硅的质量/μg	0	15	25	50	100	150	200
校准溶液中硅的质量浓度/(μg/mL)	0	0.15	0.25	0.50	1.00	1.50	2.00
相应试料中硅的质量分数/%	0	0.015	0.025	0.050	0.100	0.150	0.200

A.8.2.4.5　测定

A.8.2.4.5.1　推荐的分析线为 288.158 nm、250.690 nm。本方法不对分析谱线作出限制性的规定,也可采用其他分析谱线。在采用这些分析谱线之前,宜评估可能存在的光谱干扰情况。

A.8.2.4.5.2　仪器测定:将系列校准溶液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪,绘制校准溶液工作曲线。当工作曲线的线性相关系数不小于 0.999 时,进行试样测定。根据光谱强度和浓度的关系由光谱仪自动给出硅的质量浓度。

A.8.2.5　分析结果的计算与表示

按公式(A.11)计算硅元素的质量分数 $w(\mathrm{Si})$,数值以%表示:

$$w(\mathrm{Si})=\frac{(c-c_0)\times V\times 10^{-6}}{m_0}\times 100 \quad \cdots\cdots(\mathrm{A.11})$$

式中:

c ——从工作曲线上查得的分析试液中硅的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

c_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中硅的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

当被测元素的质量分数小于 0.100%时,计算结果保留两位有效数字;当被测元素的质量分数不小于 0.100%时,保留三位有效数字。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.8.2.6 精密度

A.8.2.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，测试结果的绝对差值不大于重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过5%，重复性限(r)按表A.11数据采用线性内插法求得。

表A.11 重复性限

%

硅质量分数	0.002 0	0.005 0	0.010	0.050	0.100	0.150	0.200
重复性限 r	0.001 0	0.002 0	0.003	0.005	0.008	0.010	0.015

A.8.2.6.2 再现性

在再现性的条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，测试结果的绝对差值不大于再现性限(R)，超过再现性限(R)的情况不超过5%，再现性限(R)按表A.12数据采用线性内插法求得。

表A.12 再现性限

%

硅质量分数	0.002 0	0.005 0	0.010	0.050	0.100	0.150	0.200
再现性限 R	0.002 0	0.003 0	0.005	0.008	0.012	0.015	0.020

A.9 铝、镉、铅、铜、铁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

A.9.1 原理

试料经盐酸和硝酸混合酸溶解后，溶液以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。

A.9.2 试剂

A.9.2.1 盐酸(1+1)。

A.9.2.2 硝酸(1+1)。

A.9.2.3 过氧化氢(ρ1.10 g/mL)。

A.9.2.4 混合酸：3份盐酸(A.9.2.1)和1份硝酸(A.9.2.2)混合。

A.9.2.5 纯锌(纯度不低于99.99%)。

A.9.2.6 铝标准储存溶液：称取0.500 0 g纯铝(纯度不低于99.99%)置于200 mL烧杯中，盖上表面皿，加入25 mL盐酸(A.9.2.1)，缓慢加热至溶解完全。必要时，滴加少量过氧化氢(A.9.2.3)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却，将溶液移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.5 mg铝。

A.9.2.7 铝标准溶液A：移取10.00 mL铝标准储存溶液(A.9.2.6)于100 mL容量瓶中，加入2 mL盐酸(A.9.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含50 μg铝。

A.9.2.8 铝标准溶液B：移取10.00 mL铝标准溶液A(A.9.2.7)于100 mL容量瓶中，加入2 mL盐酸(A.9.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含5 μg铝。

A.9.2.9 镉标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯镉(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加 25 mL 盐酸(A.9.2.1)，待其反应缓慢后，加入几滴过氧化氢(A.9.2.3)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 镉。

A.9.2.10 镉标准溶液 A：移取 10.00 mL 镉标准储存溶液(A.9.2.9)于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 盐酸(A.9.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 镉。

A.9.2.11 镉标准溶液 B：移取 10.00 mL 镉标准溶液 A(A.9.2.10)于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 盐酸(A.9.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 镉。

A.9.2.12 铅标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯铅(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加 25 mL 硝酸(A.9.2.2)溶解，煮沸驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 铅。

A.9.2.13 铅标准溶液 A：移取 10.00 mL 铅标准储存溶液(A.9.2.12)于 100 mL 容量瓶中，加入2 mL硝酸(A.9.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 铅。

A.9.2.14 铅标准溶液 B：移取 10.00 mL 铅标准溶液 A(A.9.2.13)于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸(A.9.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铅。

A.9.2.15 铜标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯铜(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加入25 mL硝酸(A.9.2.2)加热溶解，驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 0.5 mg 铜。

A.9.2.16 铜标准溶液 A：移取 10.00 mL 铜标准储存溶液(A.9.2.15)于 100 mL 容量瓶中，加入2 mL硝酸(A.9.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 铜。

A.9.2.17 铜标准溶液 B：移取 10.00 mL 铜标准溶液 A(A.9.2.16)于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸(A.9.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铜。

A.9.2.18 铁标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯铁(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加 25 mL 硝酸(A.9.2.2)溶解，加热驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 铁。

A.9.2.19 铁标准溶液 A：移取 10.00 mL 铁标准储存溶液(A.9.2.18)于 100 mL 容量瓶中，加入2 mL硝酸(A.9.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 铁。

A.9.2.20 铁标准溶液 B：移取 10.00 mL 铁标准溶液 A(A.9.2.19)于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸(A.9.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铁。

A.9.2.21 氩气(纯度不低于 99.99%)。

A.9.3 仪器

使用经过检定或校准合格的电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

A.9.4 分析步骤

A.9.4.1 试料

按表 A.13 称取试样，精确至 0.1 mg。

表 A.13 样品量

质量分数/%	试料/g	试液体积/mL	适用对象
0.000 5～0.010	0.50	100	Ⅰ型和Ⅱ型阳极中杂质元素与Ⅲ型阳极中各元素的测定
>0.010～1.00	0.10	100	Ⅰ型和Ⅱ型阳极中铝、镉的测定

A.9.4.2 空白试验

称取与试料相同量的纯锌，随同试料做空白试验。

A.9.4.3 分析试液的制备

将试料(A.9.4.1)置于烧杯或锥形瓶中，加入 25 mL 混合酸(A.9.2.4)，待剧烈反应停止后，低温加热至溶解完全。冷却至室温后，转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.9.4.4 系列校准溶液的配制

A.9.4.4.1 被测元素质量分数为 0.000 5%～0.010%

称取 0.50 g 纯锌(A.9.2.5)分别置于 6 个烧杯或锥形瓶中，加入 25 mL 混合酸(A.9.2.4)，待剧烈反应停止后，低温加热至溶解完全。冷却至室温后，转移至 100 mL 容量瓶，按表 A.14 分别加入铝标准溶液 B(A.9.2.8)、镉标准溶液 B(A.9.2.11)、铅标准溶液 B(A.9.2.14)、铜标准溶液 B(A.9.2.17)、铁标准溶液 B(A.9.2.20)，用水稀释至刻度，混匀。根据被测元素的含量范围，上述校准溶液的数量、浓度及配制方式可适当调整。

表 A.14 系列校准溶液的配制方式(被测元素质量分数为 0.000 5%～0.010%)

标准溶液编号	S1-0	S1-1	S1-2	S1-3	S1-4	S1-5
加入标准溶液的体积/mL	0	0.50	1.00	3.00	5.00	10.00
加入元素的质量/μg	0	2.5	5.0	15	25	50
校准溶液中各元素的质量浓度/(μg/mL)	0	0.025	0.050	0.15	0.25	0.50
相应试料中各元素的质量分数/%	0	0.000 5	0.001 0	0.003 0	0.005 0	0.010

A.9.4.4.2 被测元素质量分数为>0.010%～1.00%

称取 0.10 g 纯锌(A.9.2.5)分别置于 7 个烧杯或锥形瓶中，加入 25 mL 混合酸(A.9.2.4)，待剧烈反应停止后，低温加热至溶解完全。冷却至室温后，转移至 100 mL 容量瓶，按表 A.15 分别加入铝标准溶液 A(A.9.2.7)、镉标准溶液 B(A.9.2.11)，用水稀释至刻度，混匀。根据被测元素的含量范围，上述校准溶液的数量、浓度及配制方式可适当调整。

表 A.15 系列校准溶液的配制方式(被测元素质量分数为>0.010%～1.00%)

元素	标准溶液编号	S2-0	S2-1	S2-2	S2-3	S2-4	S2-5	S2-6
铝	加入铝标准溶液的体积/mL	0	1.00	2.00	5.00	10.00	15.00	20.00
	校准溶液中铝的质量/μg	0	50	100	250	500	750	1 000
	校准溶液中铝的质量浓度/(μg/mL)	0	0.50	1.00	2.50	5.00	7.50	10.00
	相应试料中铝的质量分数/%	0	0.050	0.100	0.250	0.500	0.750	1.00
镉	加入镉标准溶液的体积/mL	50.00	30.00	20.00	10.00	5.00	2.00	0
	校准溶液中镉的质量/μg	250	150	100	50	25	10	0
	校准溶液中镉的质量浓度/(μg/mL)	2.50	1.50	1.00	0.50	0.25	0.10	0
	相应试料中镉的质量分数/%	0.250	0.150	0.100	0.050	0.025	0.010	0

A.9.4.5 测定

A.9.4.5.1 推荐的分析线见表 A.16。本方法不对分析谱线做出限制性的规定，也可采用其他分析谱线。在采用这些分析谱线之前，宜评估可能存在的光谱干扰情况。

表 A.16 推荐分析谱线

单位为纳米

元素	分析谱线	元素	分析谱线
铝	394.330，396.152，308.215	镉	228.802
铅	220.353	铜	324.754
铁	238.204，259.940，239.562	—	—

A.9.4.5.2 仪器测定：将系列校准溶液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪，绘制校准溶液工作曲线。当工作曲线的线性相关系数不小于 0.999 时，进行试样测定。根据光谱强度和浓度的关系由光谱仪自动给出被测元素的质量浓度。

A.9.5 分析结果的计算与表示

按公式(A.12)计算被测元素的质量分数 $w(X)$，数值以%表示：

$$w(X)=\frac{(c-c_0)\times V\times 10^{-6}}{m_0}\times 100 \quad \cdots\cdots(A.12)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得的分析试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

c_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V ——测定试液的体积，单位为毫升(mL)；

m_0 ——试料的质量，单位为克(g)。

当被测元素的质量分数小于 0.010%时，计算表示到小数点后四位；当被测元素的质量分数不小于 0.010%且不大于 1.00%时，计算结果表示到小数点后三位。按照 GB/T 8170 给出的进舍规则进行数字修约。

A.9.6 精密度

A.9.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，测试结果的绝对差值不大于重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%，重复性限(r)按表 A.17 数据采用线性内插法求得。

表 A.17 重复性限

%

质量分数	0.000 5	0.001 0	0.005 0	0.010	0.050	0.100	0.500	0.800	1.00
重复性限 r	0.000 2	0.000 3	0.001 0	0.002	0.005	0.008	0.030	0.050	0.060

A.9.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，测试结果的绝对

差值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表A.18数据采用线性内插法求得。

表A.18 再现性限

%

质量分数	0.000 5	0.001 0	0.005 0	0.010	0.050	0.100	0.500	0.800	1.00
再现性限 R	0.000 3	0.000 5	0.001 5	0.003	0.007	0.010	0.040	0.065	0.075

A.10 质量保证与控制

分析时,用标准样品或者控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

A.11 试验报告

试验报告至少应包括下列内容:

a) 试样信息;
b) 使用的试验方法和本文件编号;
c) 分析结果及其表示;
d) 测定中观察到的异常现象;
e) 对分析结果可能有影响而本文件未包括的操作;
f) 试验人、试验日期。

附 录 B
（规范性）
接触电阻测定方法

B.1 测量原理

在阳极体与铁脚之间通以恒定的 5 A 直流电，测定阳极体-铁脚间的电压降，根据欧姆定律计算阳极体与铁脚间的接触电阻。

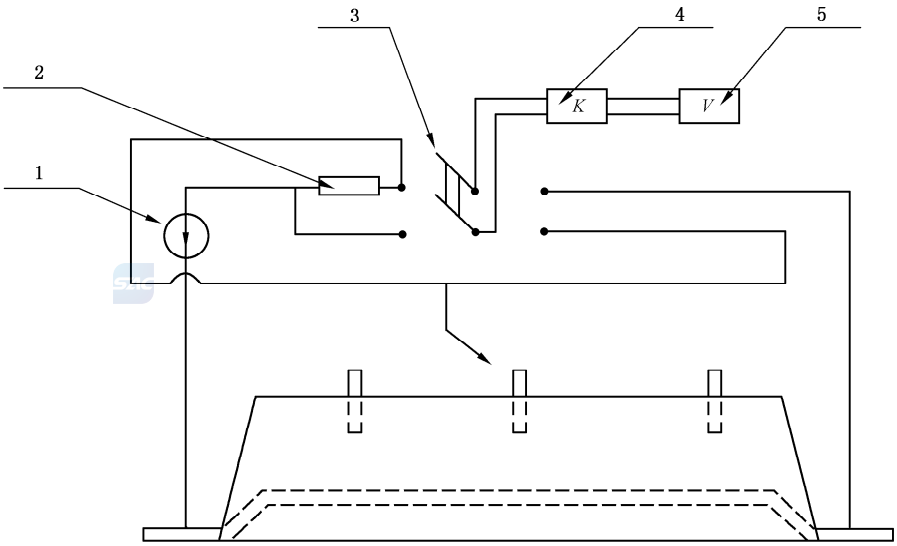
B.2 测量方法

B.2.1 在锌阳极产品上表面和两侧面的左、中、右各取 3 个测点，测点应在锌阳极表面上均匀分布。

B.2.2 在各测点处钻 M4 螺纹孔，孔深度应大于 10 mm，但不应接触铁脚。

B.2.3 在钻孔处拧上 M4 铜棒作为接线柱，铜棒应拧紧，保证测点电接触良好，避免测点的接触电阻影响测量结果。

B.2.4 采用图 B.1 所示测量电路或采用接触电阻测试仪进行测量，测量仪器使用前应进行校准或计量。



标引序号说明：

1——稳流器或恒流源（额定输出电流不小于 5 A）；

2——精度为 0.01 级标准电阻，阻值为 0.001 Ω；

3——双刀双掷开关；

4——直流放大器；

5——数字电压表（阻抗大于 10 MΩ，精度为 0.001 V）。

图 B.1 阳极体与铁脚间的接触电阻测量电路图

B.2.5 将双刀双掷开关投向标准电阻两端，调节直流放大器取放大倍数为 100 倍，调节稳流器或恒流源的输出电流，使数字电压表读数为 0.500 0 V（输出电流为 5 A）。

B.2.6 把双刀双掷开关投向阳极体-铁脚之间，依次测量锌阳极的各测点与铁脚之间的电压降并记录。

B.3 数据处理

取锌阳极上的各测点和铁脚间电压降的算术平均值，按公式(B.1)计算阳极体与铁脚之间的接触电阻：

$$R=\frac{U}{100\times I} \qquad \cdots\cdots(B.1)$$

式中：

R ——阳极体与铁脚之间的接触电阻，单位为欧姆(Ω)；

U ——阳极表面上的各测点和铁脚间电压降的算术平均值，单位为伏特(V)；

I ——测试电流，单位为安培(A)，取 5 A。