



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 26039—2010

---

## 无汞锌粉

Mercury-free zinc powder

2011-01-10 发布

2011-10-01 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。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SC 2/TC 243)归口。

本标准负责起草单位:株洲冶炼集团股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

本标准参加起草单位:上虞市丰申金属制品有限公司。

本标准主要起草人:谭仪文、郭军、吴涛、李清湘、夏海燕、徐军、陈端云、蔡展彩、朱诗林。

# 无汞锌粉

## 1 范围

本标准规定了无汞锌粉的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输与贮存、质量证明书及合同(或订货单)内容等。

本标准适用于以锌为原料,添加 In、Bi、Al、Ca 等合金元素,经喷雾法、化学置换法、电解共沉积法、真空蒸发-冷凝法等方法制成的无汞锌粉产品。该产品主要用于无汞碱性锌-二氧化锰电池制造业。

## 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/T 1479 金属粉末松装密度的测定 第一部分 漏斗法

GB/T 1480 金属粉末粒度组成的测定 干筛分法

GB/T 5314 粉末冶金用粉末的取样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12689.1—2004 锌及锌合金化学分析方法 铝量的测定 铬天青 S-聚乙二醇辛基苯基醚-溴化十六烷基吡啶分光光度法、CAS 分光光度法和 EDTA 滴定法

GB/T 12689.3—2004 锌及锌合金化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法

GB/T 12689.4—2004 锌及锌合金化学分析方法 铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法、火焰原子吸收光谱法和电解法

GB/T 12689.6—2004 锌及锌合金化学分析方法 铅量的测定 示波极谱法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**无汞锌粉** mercury-free zinc powder

无汞锌粉是碱性电池的负极活性材料,由锌和 In、Bi、Al、Ca 等元素组成,汞含量小于 3  $\mu\text{g/g}$  的两元或多元锌合金粉。

## 4 要求

### 4.1 化学成分

无汞锌粉化学成分应符合表 1 规定。

- 5.4 铜含量的检验方法按 GB/T 12689.4—2004 的规定进行。
- 5.5 铁含量的检验方法按附录 A 的规定进行。
- 5.6 镉含量的检验方法按 GB/T 12689.3—2004 的规定进行。
- 5.7 铅含量的检验方法按 GB/T 12689.6—2004 的规定进行。
- 5.8 汞含量的检验方法按附录 C 的规定进行。
- 5.9 氧化锌含量的检验方法按附录 D 的规定进行。
- 5.10 松装密度的检验方法按 GB/T 1479 中的有关规定进行。
- 5.11 析气量的检验方法按附录 F 的规定进行。
- 5.12 粒度分布的检验方法按 GB/T 1480 中的有关规定进行。
- 5.13 外观用目视法测定。

## 6 检验规则

### 6.1 检查与验收

- 6.1.1 无汞锌粉应由供方技术监督部门进行检验,保证产品质量符合本标准或合同(或订货单)的规定,并填写质量证明书。
- 6.1.2 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验,如检验结果与本标准或合同(或订货单)的规定不符时,应在收到产品之日起 20 天内向供方提出,由供需双方协商解决。如需仲裁,仲裁取样在需方由供需双方共同进行。

### 6.2 组批

无汞锌粉应成批提交检验,每批应由同一牌号、同物理规格的产品组成。批重不予规定。

### 6.3 检验项目

每批无汞锌粉应进行物理规格、析气量、外观质量和化学成分的检验。

### 6.4 仲裁取样、制样

取样方法按 GB/T 5314 的规定进行,将所取份样混合均匀,缩分至不少于 1 000 g,分装于三个清洁、干燥的磨口玻璃瓶中,密封。一瓶用于仲裁,供需双方各保存一瓶。

### 6.5 检验结果的判定

- 6.5.1 无汞锌粉检验结果的数值修约和修约后数值的判定分别按 GB/T 8170—2008 中第 3 章和 4.3.3 的规定进行。
- 6.5.2 无汞锌粉的析气量的检验结果与本标准或合同(或订货单)的规定不相符时,则加倍取样对不合格项目进行复验。如仍不合格时,则判该批产品为不合格。
- 6.5.3 无汞锌粉的化学成分、物理规格与本标准或合同(或订货单)的规定不相符时,则判该批产品为不合格。
- 6.5.4 无汞锌粉的外观质量与本标准或合同(或订货单)的规定不相符时,则判该袋(桶)产品不合格。

## 7 标志、包装、运输与贮存、质量证明书

### 7.1 标志

无汞锌粉产品应贴上标签,其上注明产品名称和商标、牌号、批号、净重、生产日期、厂名和厂址、“防

潮”标志。

## 7.2 包装

无汞锌粉用塑料袋密封包装,外用桶或编织袋封装。

## 7.3 运输

产品在运输过程中应防潮、防水、防火、防酸碱,应避免撞击和跌落。

## 7.4 贮存

产品应存放于清洁、干燥、无酸碱的环境中。

## 7.5 其他

需方如对产品的标志、包装、运输、贮存等有特殊要求时,由供需双方商定。

## 7.6 质量证明书

每批产品应附有质量证明书,注明:

- a) 生产厂家和商标;
- b) 产品名称和牌号;
- c) 批号;
- d) 净重和件数;
- e) 分析检验结果和技术监督部门印记;
- f) 本标准编号;
- g) 出厂日期。

## 8 合同(或订货单)内容

本标准所列材料的合同(或订货单)内应包括下列内容:

- a) 产品名称;
- b) 产品牌号;
- c) 化学成分、物理规格、外观质量等特殊要求;
- d) 数量;
- e) 本标准编号;
- f) 其他。

附录 A  
(规范性附录)

萃取-火焰原子吸收光谱法测定无汞锌粉中铁量

A.1 范围

本方法规定了无汞锌粉中铁量的测定。

本方法适用于无汞锌粉中铁量的测定,测定范围:铁含量  $1.0 \mu\text{g/g} \sim 10 \mu\text{g/g}$ 。

A.2 方法原理

在  $6 \text{ mol/L}$  盐酸介质中,甲基异丁基甲酮萃取富集铁,并使其与试样中的大部分锌分离。有机相用火焰原子吸收光谱法测量铁的吸光度。

A.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

A.3.1 甲基异丁基甲酮(MIBK)。

A.3.2 盐酸,1+1,优级纯。

A.3.3 盐酸,1+1,提纯后使用。

提纯步骤:将 1+1 盐酸(A.3.2)500 mL 置于 1 L 分液漏斗中,加入 MIBK(A.3.1)50 mL,振摇 1 min,分层后将盐酸放入另一个 1 L 分液漏斗中,加入 MIBK(A.3.1)20 mL,振摇 1 min,分层后将盐酸倒入试剂瓶中备用。

A.3.4 铁标准储备溶液,  $100 \mu\text{g/mL}$

称取金属铁( $>99.9\%$ )0.1 g,精确到 0.1 mg;用盐酸(A.3.2)20 mL 溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用。

A.3.5 铁标准溶液,  $5 \mu\text{g/mL}$

吸取铁标准储备溶液(A.3.4)5.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸(A.3.2)2 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

A.3.6 水,GB/T 6682,二级。

A.4 仪器

原子吸收分光光度计,铁空心阴极灯。

A.5 分析步骤

A.5.1 试料

称取试样 1 g,精确到 0.001 g。

A.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

A.5.3 测定

A.5.3.1 将试料置于 125 mL 三角烧杯中,分次加入盐酸(A.3.3)20 mL,盖上表面皿,加热至完全溶解(温度不要过高以免溶液蒸发过多),继续加热蒸发至溶液体积 10 mL,冷却,移入 25 mL 磨口塞比色管中,加水至 18 mL。加入 MIBK(A.3.1)2.00 mL,盖上磨口塞,振摇 1 min,分层后有机相立即用原子吸收分光光度计在波长 248.3 nm 处测量吸光度(用空白溶液作参比)。

A.5.3.2 在工作曲线上查出被测元素的量。

A.5.4 工作曲线绘制

吸取铁标准溶液(A.3.5)0.00 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 置于一组 125 mL 三角烧杯中,加入盐酸(A.3.3)20 mL,加热蒸发至溶液体积 10 mL。以下按 A.5.3.1 步骤进行测量(测量吸光度时用 0 μg 溶液调零),绘制工作曲线。

A.6 分析结果的计算

式(A.1)计算铁含量,以质量分数  $w_{Fe}$  计,数值以微克每克(μg/g)表示:

$$w_{Fe} = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的铁质量,单位为微克(μg);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位且最多两位有效数字。

A.7 允许差

实验室之间铁含量分析结果的差值应不大于表 A.1 所列的允许差。

表 A.1 允许差

$w_{Fe}/(\mu g/g)$	允许差/ $(\mu g/g)$
1.0~3.0	0.5
>3.0~10	1.0

## 附 录 B

(规范性附录)

## 火焰原子吸收光谱法测定无汞锌粉中镉、铋量

## B.1 范围

本方法规定了无汞锌粉中镉、铋含量的测定。

本方法适用于无汞锌粉中镉、铋含量的测定。测定范围：镉、铋含量 0.005%~0.1%。

## B.2 方法原理

试样用硝酸溶解,采用空气-乙炔火焰原子吸收分光光度法,在波长 303.9 nm、223.1 nm 处分别测定镉、铋的吸光度。

## B.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

## B.3.1 硝酸(1+1)。

## B.3.2 锌溶液,0.2 g/mL。

称取高纯锌(99.999%)50 g,精确到 0.1 g;置于 500 mL 烧杯中,分次加入硝酸(B.3.1)200 mL,加热溶解,加水煮沸除去氮的氧化物,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## B.3.3 镉标准溶液,200 μg/mL

称取三氧化二镉 0.120 9 g,精确到 0.000 1 g;加硝酸(B.3.1)10 mL,加热溶解,煮沸除去氮氧化物,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## B.3.4 铋标准溶液,200 μg/mL

称取金属铋(>99.99%)0.1 g,精确到 0.000 1 g;加硝酸(B.3.1)20 mL,加热溶解,煮沸除去氮氧化物,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## B.4 仪器

原子吸收分光光度计,镉、铋空心阴极灯。

## B.5 分析步骤

## B.5.1 试料

称取试样 1 g,精确到 0.001 g。

## B.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。



B.5.3 测定

B.5.3.1 将试料置于 125 mL 三角烧杯中,加 5 mL 水,分次加入硝酸(B.3.1)15 mL,加热溶解,蒸发至 5 mL,取下,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

B.5.3.2 用原子吸收分光光度计,乙炔-空气火焰分别在 303.9 nm、223.1 nm 处测定铟、铋的吸光度(用空白溶液作参比)。

B.5.3.3 在工作曲线上查出被测元素的量。

B.5.4 工作曲线绘制

吸取铟标准溶液(B.3.3)、铋标准溶液(B.3.4) 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL,依次置于一组 100 mL 容量瓶中,加锌溶液(B.3.2)2.5 mL,用水定容,摇匀,以下按 B.5.3.2 步骤进行测量(测量吸光度时用 0 μg 溶液调零);绘制工作曲线。

B.6 分析结果的计算

按式(B.1)计算铟(In)、铋(Bi)含量,以质量分数  $w_x$  计,数值以%表示:

$$w_x = \frac{m \times 10^{-5}}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的铟、铋质量,单位为微克(μg);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后四位且最多三位有效数字。

B.7 允许差

实验室之间铟含量、铋含量分析结果的差值应不大于表 B.1 所列允许差。

表 B.1 允许差

$w_{In}, w_{Bi} / \%$	允许差/%
0.005~0.020 0	0.002 0
>0.020 0~0.040 0	0.004 0
>0.040 0~0.10	0.007 0

## 附 录 C

(规范性附录)

## 冷原子吸收光谱法测定无汞锌粉中汞量

## C.1 范围

本方法规定了无汞锌粉中汞含量的检测。

本方法适用于无汞锌粉中汞含量的检测。测定范围:汞含量  $0.5 \mu\text{g/g} \sim 4.0 \mu\text{g/g}$ 。

## C.2 方法原理

锌粉用硝酸溶解,用氯化亚锡将汞(Ⅱ)还原成金属汞;以空气为载气将金属汞蒸气导入测汞仪吸收管,利用汞原子对共振线有特征吸收。测量其吸光度。

## C.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

C.3.1 硝酸( $\rho 1.40 \text{ g/mL}$ )。

C.3.2 硝酸,1+1。

C.3.3 盐酸,1+1。

C.3.4 重铬酸钾溶液,50 g/L。

C.3.5 氯化亚锡溶液,200 g/L。

称取氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )20 g加热溶于盐酸(C.3.3)中,冷却后再加入盐酸(C.3.3)至溶液总体积 100 mL。

C.3.6 汞标准储备溶液,100  $\mu\text{g/mL}$

称取氯化汞(优级纯)0.135 3 g,精确到 0.001 g;溶于水,加入硝酸(C.3.1)66 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

C.3.7 汞标准溶液 0.1  $\mu\text{g/mL}$

吸取汞标准储备溶液(C.3.6)1.00 mL于 1 000 mL 容量瓶中,加入重铬酸钾溶液(C.3.4)3 mL、硝酸(C.3.1)66 mL,用水稀释至刻度,混匀。

## C.4 仪器

测汞仪或原子吸收分光光度计(附汞测定装置)和汞空心阴极灯。

## C.5 分析步骤

## C.5.1 试料

称取试样 5 g,精确到 0.01 g。

## C.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

## C.5.3 测定

C.5.3.1 将锌粉试样置于 100 mL 高型烧杯中,加入 20 mL 水,再缓慢加入硝酸(C.3.1)20 mL 后,加热使其完全溶解,并蒸发至 10 mL 以下;冷却后,移入 100 mL 容量瓶中,加重铬酸钾溶液(C.3.4)5 滴,用水稀释至刻度,摇匀。

C.5.3.2 吸取试液(C.5.3.1)2.00 mL 于汞蒸气发生器中,用水稀释至 9 mL,加氯化亚锡溶液(C.3.5)1 mL,迅速盖紧发生器塞,在测汞仪上读出最大吸光度;或用原子吸收分光光度计,乙炔-空气火焰在 253.7 nm 测定汞的吸光度(均用空白溶液作参比)。

C.5.3.3 从工作曲线上查出被测元素的量。

## C.5.4 工作曲线绘制

吸取汞标准溶液(C.3.7)0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL、4.00 mL 于汞蒸气发生器中,以下按 C.5.3.2 步骤进行测量(测量吸光度时用 0  $\mu\text{g}$  溶液调零);以汞量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## C.6 分析结果的计算

按式(C.1)计算汞的含量,以质量分数  $w_{\text{Hg}}$  计,数值以微克每克( $\mu\text{g/g}$ )表示:

$$w_{\text{Hg}} = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \quad \dots\dots\dots (\text{C.1})$$

式中:

$m_1$ ——自上作曲线上查得的汞质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试料的质量,单位为克(g);

$V_1$ ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——吸取的试料溶液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位且最多两位有效数字。

## C.7 允许差

实验室之间汞含量分析结果的差值应不大于表 C.1 所列允许差。

表 C.1 允许差

$w_{\text{Hg}}/(\mu\text{g/g})$	允许差/ $(\mu\text{g/g})$
0.05~1.5	0.3
>1.5~4.0	0.5

## 附录 D

(规范性附录)

## 火焰原子吸收光谱法测定无汞锌粉中的氧化锌量

## D.1 范围

本方法规定了无汞锌粉中氧化锌含量的测定。

本方法适用于无汞锌粉中氧化锌含量的测定。测定范围:氧化锌 0.03%~0.4%。

## D.2 方法原理

由氢氧化氨、氯化铵、亚硫酸钠和聚乙烯醇组成的混合溶液,将氧化锌溶解后形成锌氨络离子。亚硫酸钠可消除溶液中氧的干扰并阻止金属锌氧化,聚乙烯醇可抑制金属锌的溶解。用火焰原子吸收分光光度法测定试液中的氧化锌量。

## D.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

D.3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

D.3.2 氨水( $\rho$ 0.88 g/mL)。

D.3.3 聚乙烯醇,2 g/L。

D.3.4 混合溶液

称取无水亚硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )10 g,氯化铵 20 g 溶于 460 mL 水中,加氨水(D.3.2)35 mL,聚乙烯醇(D.3.3)5 mL,混合均匀。

D.3.5 锌标准储备溶液,1 mg/mL。

称高纯锌(99.999%)1 g,精确到 1 mg;置于 200 mL 烧杯中,加盐酸(D.3.1)10 mL,加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

D.3.6 锌标准溶液,10  $\mu\text{g/mL}$ 。

吸取锌标准储备溶液(D.3.5)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## D.4 仪器

原子吸收分光光度计,锌空心阴极灯。

## D.5 分析步骤

## D.5.1 试料

称取试样 1 g,精确到 0.001 g。

## D.5.2 空白试验

随试料做空白试验。

D.5.3 测定

- D.5.3.1 将试料置于 150 mL 干燥烧杯中,准确加入混合溶液(D.3.4)50.00 mL,保持溶液温度在 20 ℃~30 ℃下,充分搅拌 3 min,立即用快速滤纸干过滤。
- D.5.3.2 吸取试液(D.5.3.1)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- D.5.3.3 用原子吸收分光光度计,乙炔-空气火焰在 213.9 nm 处测定锌的吸光度(用空白溶液作参比)。
- D.5.3.4 在工作曲线上查出被测元素的量。

D.5.4 工作曲线绘制

吸取锌标准溶液(D.3.6)0.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、30.00 mL 于一组 100 mL 容量瓶中,加混合溶液(D.3.4)5 mL,用水稀释至刻度,混匀,以下按 D.5.3.3 步骤进行测量(测量吸光度时用 0 μg 溶液调零);绘制工作曲线。

D.6 分析结果的计算

按式(D.1)计算氧化锌(ZnO)含量,以质量分数  $w_{ZnO}$  计,数值以%表示:

$$w_{ZnO} = \frac{m_1 \cdot V \times 10^{-5}}{m_2 \cdot V_2} \times 1.245 \times 100 \dots\dots\dots (D.1)$$

- 式中:
- $m_1$  ——自工作曲线上查得的锌质量,单位为微克(μg);
  - $m_2$  ——试料的质量,单位为克(g);
  - $V_1$  ——试料溶液的总体积,单位为毫升(mL);
  - $V_2$  ——吸取的试料溶液的体积,单位为毫升(mL);
  - 1.245——氧化锌和锌的比值。
- 计算结果表示到小数点后两位且最多两位有效数字。

D.7 允许差

实验室之间氧化锌含量分析结果的差值应不大于表 D.1 所列允许差。

表 D.1 允许差

$w_{ZnO} / \%$	允许差 / %
0.03~0.40	0.10

## 附 录 E

(规范性附录)

## 火焰原子吸收光谱法测定无汞锌粉中钙量

## E.1 范围

本方法规定了无汞锌粉中钙含量的测定。

本方法适用于无汞锌粉中钙含量的测定。测定范围:50  $\mu\text{g/g}$ ~400  $\mu\text{g/g}$ 。

## E.2 方法原理

试样用盐酸和硝酸分解,在体积分数4%的盐酸、0.25%氯化镧介质中,用空气-乙炔火焰原子吸收光谱法,在波长422.7 nm处,测定钙的吸光度。用基体匹配法消除锌的干扰。

## E.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

E.3.1 硝酸(1+1),优级纯。

E.3.2 盐酸(1+1),优级纯。

E.3.3 氯化镧溶液( $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ),25 g/L。

E.3.4 锌溶液(0.2 g/mL):称取20 g高纯锌( $\geq 99.999\%$ )置于250 mL烧杯中,加入130 mL盐酸(E.3.2),15 mL硝酸(E.3.1),加热溶解,蒸发至40 mL~45 mL,取下,冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

E.3.5 钙标准溶液(100  $\mu\text{g/mL}$ ):称取0.249 8 g碳酸钙(已在120  $^{\circ}\text{C}$ 干燥1 h),精确到0.1 mg;置于200 mL烧杯中,缓慢加入25 mL盐酸(E.3.2),加热溶解,冷后移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## E.4 仪器

原子吸收分光光度计,钙空心阴极灯。

## E.5 分析步骤

## E.5.1 试料

称取试样1 g,精确到0.001 g。

## E.5.2 空白试验

随试料做空白试验。

## E.5.3 测定

E.5.3.1 将试料置于125 mL三角烧杯中,加入10 mL盐酸(E.3.2),加1 mL硝酸(E.3.1),加热溶

解,并蒸发至 2 mL 左右,冷却,移入 50 mL 容量瓶中。加入 5.0 mL 氯化镧溶液(E. 3. 3),用水稀释至刻度,混匀。用原子吸收分光光度计,调整空气-乙炔火焰,于波长 422. 7 nm 处,测量钙的吸光度(用空白溶液作参比)。

E. 5. 3. 2 在工作曲线上查出被测元素的量。

E. 5. 4 工作曲线绘制

吸取钙标准溶液(E. 3. 5)0 mL、0. 5 mL、1. 00 mL、2. 00 mL、3. 00 mL、4. 00 mL 置于一组 50 mL 容量瓶中,加入镧溶液(E. 3. 4)5. 00 mL,以下按 E. 5. 3. 1 步骤进行测量(测量吸光度时用“零”浓度溶液调零),绘制工作曲线。

E. 6 分析结果的计算

按式(E. 1)计算钙(Ca)的含量,以质量分数  $w_{Ca}$  计,数值以  $\mu\text{g/g}$  表示:

$$w_{Ca} = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (E. 1)$$

式中:  
 $m_1$ ——自工作曲线上查得的钙质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );  
 $m$ ——试料的质量,单位为克(g)。  
计算结果表示到个位数且最多两位有效数字。

E. 7 允许差

实验室之间钙含量分析结果的差值应不大于表 E. 1 所列的允许差。

表 E. 1 允许差

$w_{Ca}/(\mu\text{g/g})$	允许差/ $(\mu\text{g/g})$
30~100	15
>100~200	30
>200~400	40

**附 录 F**  
**(规范性附录)**  
**集气法测定无汞锌粉析气量**

**F.1 范围**

本方法规定了无汞锌粉析气量的检测。

本方法适用于无汞锌粉析气量的检测。测定范围:析气量 $<0.2\text{ mL}/(5\text{ g}\cdot 3\text{ d})$ 。

**F.2 方法原理**

在电解液中,锌粉在某些杂质的作用下易发生溶解(腐蚀)并析出氢气,析气量与锌粉的物理性能和化学性能有关,用集气法收集气体测定析气量。

**F.3 试剂**

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

**F.3.1 液体石蜡,化学纯**

预处理:将液体石蜡倒入烧杯中,加热至 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,保持 $3\text{ h}$ ,冷却后倒入干净干燥的瓶中封存备用。

**F.3.2 氢氧化钾**

KOH含量大于90%的优级纯KOH。

**F.3.3 氧化锌。****F.3.4 电解液**

氢氧化钾(F.3.2)溶于水(F.3.5),稀释至比重为 $1.4$ (在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下测定),每 $95\text{ g}$ 氢氧化钾水溶液加氧化锌(F.3.3) $5\text{ g}$ ,加热,搅拌溶解,静置后取清液密封保存。

**F.3.5 水,GB/T 6682,二级。****F.4 检测装置****F.4.1 析气量检测装置如图 F.1。**



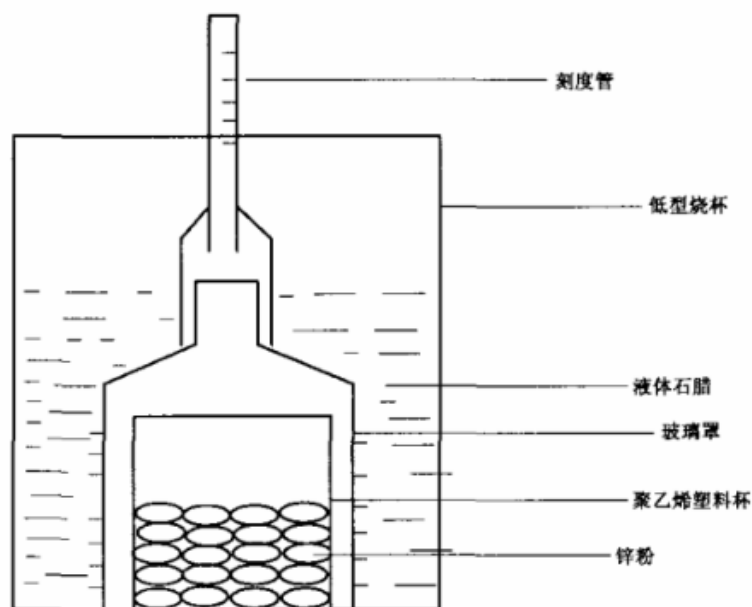


图 F.1 无汞锌粉析气量检测装置

F.4.2 刻度管:刻度部分的总体积为 0.5 mL,刻度分度值不大于 0.01 mL。

F.4.3 聚乙烯塑料杯:内径为  $30\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ ,内部高度为  $25\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ 。

F.4.4 低型烧杯:200 mL。

F.4.5 恒温水浴器或烘箱:温度精度  $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

## F.5 检测步骤

检测前,将检测装置用稀盐酸浸泡,用水(F.3.5)冲洗干净,干燥备用。

### F.5.1 试料

称取试样 5 g,精确到 10 mg。

### F.5.2 测定

将试料平铺于检测装置(F.4.1)塑料杯中,加入电解液(F.3.4)5.00 mL,用玻璃棒轻轻搅拌锌粉,将锌粉中的气体赶出,然后将塑料杯放入烧杯中,罩上玻璃罩,缓缓倒入液体石蜡(F.3.1)至淹没玻璃罩;刻度管注满液体石蜡(F.3.1),按住管口,罩在玻璃罩上(应无气泡进入);放入恒温水浴器或烘箱中,在  $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  温度下保持 72 h,读出析气量。

## F.6 允许差

实验室之间钙含量分析结果的差值应不大于表 F.1 所列的允许差。

表 F.1 允许差

析气量/[mL/(5 g·3 d)]	允许差/[mL/(5 g·3 d)]
0.1	0.01
>0.1~0.2	0.02