

ICS 77 120 60  
U 05  
备案号: 16171-2005



# 中华人民共和国船舶行业标准

CB/T 3905.11—2005

代替 CB/T 3905.11-1999

## 锡基轴承合金化学分析方法 第 11 部分: 邻菲啰啉光度法测定铁量

Method for chemical analysis of tin-base bearing alloy —

Part 11: 0-Phenanthroline photometric method for  
the determination of iron content

2005—04—11 发布

2005—07—01 实施

国防科学技术工业委员会 发布

## 前 言

CB/T 3905《锡基轴承合金化学分析方法》分为16个部分：

- 第 1 部分：总则；
- 第 2 部分：溴酸钾滴定法测定铈量；
- 第 3 部分：高锰酸钾滴定法测定铈量；
- 第 4 部分：电解法测定铜量；
- 第 5 部分：二乙基二硫代氨基甲酸钠光度法测定铜量；
- 第 6 部分：原子吸收光谱法测定铜量；
- 第 7 部分：丁二酮肟光度法测定镍量；
- 第 8 部分：原子吸收光谱法测定镍量；
- 第 9 部分：原子吸收光谱法测定镉量；
- 第 10 部分：原子吸收光谱法测定铅量；
- 第 11 部分：邻菲罗啉光度法测定铁量；
- 第 12 部分：原子吸收光谱法测定铁量；
- 第 13 部分：原子吸收光谱法测定锌量；
- 第 14 部分：铬天菁 S 光度法测定铝量；
- 第 15 部分：硫脲光度法测定铋量；
- 第 16 部分：蒸馏分离—砷钼蓝光度法测定砷量。

本部分为CB/T 3905的第11部分。

本部分自实施之日起代替CB/T 3905.11—1999。

本部分和CB/T 3905.11—1999相比，主要有下列变化：

- a) 测定范围由“<0.15%”改为“0.020%~0.150%”；
- b) 试料称取量的准确度由1 mg改为0.1 mg；
- c) 修改了“工作曲线绘制”的取样量；
- d) 增加了第8章“试验报告”。

本部分由中国船舶工业集团公司提出。

本部分由中国船舶工业综合技术经济研究院归口。

本部分起草单位：中国船舶工业综合技术经济研究院、沪东中华造船（集团）有限公司。

本部分主要起草人：武晶、孙云辉、宋艳媛、施可杨、李琳。

本部分于1989年11月以ZB U05 006.11—1989首次发布，1999年6月更改标准号为CB/T 3905.11—

1999。

# 锡基轴承合金化学分析方法

## 第 11 部分：邻菲罗啉光度法测定铁量

### 1 范围

CB/T 3905的本部分规定了锡基轴承合金化学分析方法——邻菲罗啉光度法测定铁量的原理、试剂、分析步骤、结果计算等。

本部分适用于锡基轴承合金中铁量的测定。测定范围：0.020%~0.150%。

本部分应与CB/T 3905.1—2005一起使用。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过CB/T 3905的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包含勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6379 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

### 3 原理

试料以盐酸溶解，用乙二胺四乙酸二钠及酒石酸掩蔽其共存元素，在pH 5左右，用邻菲罗啉与铁(II)离子形成橙红色络合物于分光光度计波长510 nm处，测量铁的吸光度。

### 4 试剂

- 4.1 盐酸 ( $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ )。
- 4.2 过氧化氢 (30%)。
- 4.3 酒石酸溶液 (20%)。
- 4.4 对硝基酚溶液 (2 g/L)。
- 4.5 氨水 (1+1)。
- 4.6 盐酸 (1+1)。
- 4.7 抗坏血酸溶液 (0.5%，当天配制)。
- 4.8 乙二胺四乙酸二钠 ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ) 溶液 (10%)。
- 4.9 缓冲溶液 (pH5.7)：溶解 200 g 乙酸钠 ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) 于 500 mL 水中，若浑浊应进行过滤。准确加入 9.2 mL 冰乙酸 ( $\rho = 1.048 \text{ g/mL}$ )，用水稀释至 1 000 mL。
- 4.10 邻菲罗啉溶液 (0.2%)。
- 4.11 铁标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 纯铁于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸 (4.1)，滴加数滴过氧化氢 (4.2)，低温加热煮沸，分解多余的过氧化氢，冷却，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。
- 4.12 铁标准溶液：用移液管量取 10.00 mL 铁标准贮存溶液 (4.11) 于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.02 mg 铁。

### 5 分析步骤

#### 5.1 试料

称取 0.5 g 试样，精确到 0.1 mg ( $m$ )。

#### 5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.3 测定

5.3.1 将试料 (5.1) 置于 250 mL 烧杯中。

5.3.2 加入 10 mL 盐酸 (4.1)，滴加 3 mL 过氧化氢 (4.2)，低温加热溶解，煮沸，分解多余的过氧化氢，冷却，移入 50 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀 ( $V_0$ )。

5.3.3 用移液管量取 10.00 mL 试料溶液 (5.3.2) ( $V_1$ ) 置于 50 mL 容量瓶中。

5.3.4 加入 2 mL 酒石酸溶液 (4.3)，滴加一滴对硝基酚溶液 (4.4)，滴加氨水 (4.5) 至恰呈黄色，立即滴加盐酸 (4.6) 至呈无色并过量两滴，加入 1 mL 抗坏血酸 (4.7) 及 10 mL  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  溶液 (4.8)，加热至近沸，加入 10 mL 缓冲溶液 (4.9) 及 5 mL 邻菲罗啉溶液 (4.10)，冷却至室温，以水稀释至刻度，混匀。

5.3.5 参比溶液：按 5.3.3~5.3.4 操作，但不加邻菲罗啉溶液。

5.3.6 将部分试料溶液 (5.3.4) 移入 1 cm 比色皿，以参比溶液 (5.3.5) 为参比，于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度，减去随同试料所做的空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的铁量 ( $m$ )。

### 5.4 工作曲线的绘制

准确量取 0.00, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 9.00 mL 铁标准溶液 (4.12) 分别置于容量瓶中，以下按 5.3.4 进行操作。与试料溶液测定相同的条件下测量标准溶液的吸光度。以铁量为横坐标，以吸光度 (减去“零”浓度溶液的吸光度) 为纵坐标，绘制工作曲线。

## 6 结果计算

铁的百分含量，按公式 (1) 计算：

$$\%_{\text{Fe}} = \{m / [m_0 \times (V_1 / V_0)]\} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\%_{\text{Fe}}$ ——铁的百分含量的数值，单位为百分数 (%)；

$m$ ——从工作曲线上查得的铁量的数值，单位为毫克 (mg)；

$m_0$ ——试料的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

$V_1$ ——移取试料溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_0$ ——试料溶液总的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

计算结果保留小数点后两位有效数字。

## 7 精密度

### 7.1 重复性

按照 GB/T 6379 的规定，在同一试验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象 (铁含量 0.022%) 相互独立进行两次测试获得的测试结果的绝对差值不大于 0.006，以大于 0.006 的情况不超过 5% 为前提。

### 7.2 再现性

按照 GB/T 6379 的规定，在不同的试验室，由不同的操作者使用不同设备，按相同的测试方法，对同一被测对象 (铁含量 0.022%) 相互独立进行两次测试获得的测试结果的绝对差值不大于 0.008，以大于 0.008 的情况不超过 5% 为前提。

## 8 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

——试料；

——标准号 CB/T 3905.11—2005；

——试验结果，按第 6 章的规定计算；

——与规定的分析步骤的差异；

——在试验中观察到的异常现象；

——试验日期。

---



M 美析仪器  
MACY MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

**M**  **美析仪器**  
**MACY** MACY INSTRUMENT  
**专业光度计系列生产厂家**  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686