

ICS 77.120.60  
U 05  
备案号: 16174-2005



# 中华人民共和国船舶行业标准

CB/T 3905.14—2005  
代替 CB/T 3905.14-1999

## 锡基轴承合金化学分析方法 第 14 部分: 铬天菁 S 光度法测定铝量

Method for chemical analysis of tin-base bearing alloy —

Part 14: Chromazurol S photometric method  
for the determination of aluminium 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14部分。

本部分自实施之日起代替CB/T 3905.14—1999。

本部分和CB/T 3905.14—1999相比，主要有下列变化：

- a) 测定范围由“<0.050%”改为“0.0040%~0.0500%”；
- b) 调低了铝标准溶液的浓度；
- c) 试料称取量的准确度由1 mg改为0.1 mg；
- d) 修改了“工作曲线绘制”的取样量；
- e) 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 006.14—1989首次发布，1999年6月更改标准号为CB/T 3905.14—1999。

## 锡基轴承合金化学分析方法

### 第14部分：铬天菁S光度法测定铝量

#### 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—铬天菁S光度法测定铝量的原理、试剂、分析步骤、结果计算等。

本部分适用于锡基轴承合金中铝量的测定。测定范围：0.0040%~0.0500%。

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

试料以氢溴酸—溴溶解，并用溴驱除绝大部分锡、锑，用硫脲掩蔽铜，在pH6.1左右，铝和铬天菁S、十六烷基三甲基溴化铵生成三元络合物，于分光光度计波长620 nm处，测量铝的吸光度。

#### 4 试剂

4.1 氢溴酸（ $\rho=1.50$  g/mL）。

4.2 氯化铵（优级纯）。

4.3 盐酸（1+4）。

4.4 盐酸（5+95）。

4.5 氨水（1+4）。

4.6 氢溴酸—溴混合液：取20 mL纯溴（ $\rho=3.14$  g/mL）与180 mL氢溴酸（4.1）相混合。

4.7 过氧化氢（30%）。

4.8 盐酸羟胺溶液（10%，当天配制）。

4.9 硫脲溶液（5%，当天配制）。

4.10 环己烷二胺四乙酸—锌（CYDTA-Zn）溶液（0.1 mol/L）：称取6.539 g纯锌溶于20 mL盐酸（4.3）中，另称34.6 g环己烷二胺四乙酸于500 mL水中，滴加氨水至溶解完全，合并两种溶液。加对硝基酚1滴，用氨水（4.5）调至黄色，再用盐酸（4.4）调至无色，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.11 铬天菁S（简写CAS）溶液（0.05%）：称取0.10 g铬天菁S于100 mL烧杯中，加入20 mL水，溶解后用乙醇（ $\rho=0.790$  g/mL）定容至200 mL。

4.12 十六烷基三甲基溴化铵（简写CTMAB）溶液（0.2%）：称取0.60 g十六烷基三甲基溴化铵溶于200 mL乙醇（ $\rho=0.790$  g/mL）中，加入100 mL水，混匀。

4.13 CAS-CTMAB混合液：取CAS溶液（4.11）与CTMAB溶液（4.12）等体积混合。

4.14 乙酸钠溶液（55%）：称取544 g乙酸钠（ $\text{NaCOOH} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ）于1 000 mL烧杯中，加500 mL水，低温加热溶解，加入10 mL三氯化铁溶液（1%）充分搅拌，待生成的氢氧化铁沉淀凝聚，放置1 h后用中速滤纸过滤，并稀释至1 000 mL。

4.15 铝标准贮存溶液：称取0.100 0 g纯铝置于200 mL塑料烧杯中，加入1 g固体氢氧化钠（优级纯），加10 mL水使铝溶解，然后以盐酸（1+1）中和至沉淀析出之后，再滴加盐酸（1+1）至沉淀溶解，再加

入 20 mL 盐酸 (1+1)，冷却，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。

4.16 铝标准溶液：用移液管量取 10.00 mL 铝标准贮存溶液 (4.15) 置于 500 mL 容量瓶中，补加 16.00 mL 盐酸 (1+1) 后，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.002 mg 铝。

4.17 甲基橙指示剂 (1 g/L)。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.2 g 试样，精确到 0.1 mg ( $m_0$ )。

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 100 mL 石英烧杯中，加入 10 mL~15 mL 氢溴酸—溴混合液 (4.6)，加热，待试料溶解后，移去表面皿，加热蒸发至恰干。

5.3.2 再加 10 mL 氢溴酸 (4.1)，按 5.3.1 进行操作，反复 3 次。蒸发过程中应注意摇动烧杯，避免试料溶液溅出。稍冷，加入 5 mL 盐酸 (4.3)，稍加热，使盐类溶解，滴加 3~5 滴过氧化氢 (4.7)，煮沸，驱尽溴，加入 1.5 g 氯化铵 (4.5)，盐类溶解后移入 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 1 滴甲基橙指示剂 (4.17)，然后滴加氨水 (4.5) 至恰呈黄色，立即滴加盐酸 (4.4) 至恰呈红色，再加入 1.0 mL 盐酸 (4.4)；加入 2.0 mL 盐酸羟胺溶液 (4.8)、5 mL 硫脲溶液 (4.9) 和 3.0 mL CYDTA-Zn 溶液 (4.10)，加入 5.0 mL CAS-CTMAB 混合液 (4.13) 及 15.0 mL 乙酸钠溶液 (4.15)，以水稀释至刻度，混匀。

5.3.5 参比溶液：以水代替试料溶液，按 5.3.3~5.3.4 进行操作。

5.3.6 将部分试料溶液 (5.3.4) 移入 3 cm 比色皿中，以参比溶液 (5.3.5) 为参比，于分光光度计波长 620 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，在工作曲线上查出相应的铝量 ( $m$ )。

5.4 工作曲线的绘制

准确量取 0.00, 0.50, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 铝标准溶液 (4.16) 分别置于一组 50 mL 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。以铝量为横坐标，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

铝的百分含量，按公式 (1) 计算：

$$W_{Al} = \{ m / [m_0 \times (V_1 / V_0)] \} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $W_{Al}$ ——铝的百分含量的数值，单位为百分数 (%)；
- $m$ ——从工作曲线上查得的铝量的数值，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 (铝含量 0.00451%) 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 0.00078，以大于 0.00078 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（铝含量0.00451%）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0.0011，以大于0.0011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 3905.14—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。



MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macyinstrument.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