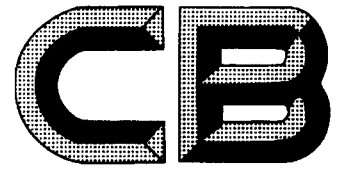


ICS 77.120.60
U 05
备案号: 16175-2005



中华人民共和国船舶行业标准

CB/T 3905.15—2005

代替 CB/T 3905.15-1999

锡基轴承合金化学分析方法 第 15 部分: 硫脲光度法测定铋量

Method for chemical analysis of tin-base bearing alloy —

Part 15: Thiourea photometric method

for the determination of bismuth 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15部分。

本部分自实施之日起代替CB/T 3905.15—1999。

本部分和CB/T 3905.10—1999相比，主要有下列变化：

- a) 测定范围由“<0.15%”改为“0.010%~0.050%”；
- b) 修改了配制铋标准溶液的原材料；
- 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 006.15—1989首次发布，1999年6月更改标准号为CB/T 3905.15—1999。

锡基轴承合金化学分析方法

第15部分：硫脲光度法测定铋量

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—硫脲光度法测定铋量的原理、试剂、分析步骤、结果计算等。

本部分适用于锡基轴承合金中铋量的测定。测定范围：0.010%~0.050%。

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，在高氯酸、磷酸介质中加热冒烟，使大部分锡、锑成溴化物挥发去除，余下的用氟化物掩蔽，在高氯酸介质中，硫脲与铋生成黄色络合物，于分光光度计波长450 nm处测量铋的吸光度。

4 试剂

- 4.1 氢溴酸—溴混合液：移取20 mL纯溴（ $\rho=3.14\text{ g/mL}$ ）与180 mL氢溴酸（ $\rho=1.48\text{ g/mL}$ ）相混。
- 4.2 高氯酸—磷酸混合液：取84 mL高氯酸（ $\rho=1.67\text{ g/mL}$ ）与16 mL磷酸（ $\rho=1.70\text{ g/mL}$ ）相混。
- 4.3 饱和硼酸溶液：称取60 g硼酸，加水至1 000 mL，加热至硼酸溶解，冷却至室温，贮存于塑料瓶中。
- 4.4 氟硼酸溶液：用塑料量杯取5 mL氢氟酸（ $\rho=1.15\text{ g/mL}$ ），置于500 mL塑料瓶中，加入45 mL饱和硼酸溶液（4.3），混合后加水稀释至500 mL。
- 4.5 硫脲溶液（5%，当天配制）。
- 4.6 铋标准溶液：称取0.100 0 g纯铋置于250 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（1+2），盖上表面皿，加热至溶解完全，煮沸，驱尽氮的氧化物，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铋。

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高型烧杯中，加入10 mL氢溴酸—溴混合液（4.1），低温溶解，加入6 mL高氯酸—磷酸混合液（4.2），加热至冒高氯酸烟，取下，冷却，再加10 mL氢溴酸—溴混合液（4.1），加热冒烟，并保持1 min，冷却。

5.3.2 加入15 mL水及5 mL氟硼酸溶液（4.4），加入20 mL硫脲溶液（4.5），将此溶液移入50 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.3.3 将部分试料溶液移入1 cm~2 cm比色皿中，以水为参比溶液，于分光光度计波长450 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铋量(m)。

5.4 工作曲线的绘制

准确量取0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00 mL铋标准溶液(4.6)分别置于250 mL高型烧杯中，各加入6 mL高氯酸—磷酸混合酸(4.2)，加热蒸发至冒高氯酸浓烟1 min，冷却，然后按5.3.2进行操作。在与试料溶液测定相同的条件下测量标准溶液的吸光度。以铋量为横坐标，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

铋的百分含量，按公式(1)计算：

$$W_{Bi} = (m_i / m_b) \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

W_{Bi} ——铋的百分含量的数值，单位为百分数(%)；

m ——从工作曲线上查得的铋量的数值，单位为毫克(mg)；

m_b ——试料的质量的数值，单位为毫克(mg)。

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(铋含量0.011%)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0.0039，以大于0.0039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(铋含量0.011%)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0.0039，以大于0.0039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 GB/T 3905.15—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