

ICS 77 120. 60
U 05
备案号: 16165-2005



中华人民共和国船舶行业标准

CB/T 3905. 5—2005
代替 CB/T 3905. 5-1999

锡基轴承合金化学分析方法 第 5 部分: 二乙基二硫代氨基甲酸钠光度法 测定铜量

Method for chemical analysis of tin-base bearing alloy —

Part 5: Sodium diethyldithiocarbamate photometric method
for the determination of copper 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：溴酸钾滴定法测定铋量；
- 第3部分：高锰酸钾滴定法测定铋量；
- 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5部分。

本部分自实施之日起代替CB/T 3905.5—1999。

本部分和CB/T 3905.5—1999相比，主要有下列变化：

- a) 测定范围由“1.00%~7.00%”改为“0.50%~7.00%”，
- b) 试料称取量统一为0.1 g，准确度由1 mg改为0.1 mg；
- c) 增加了试料溶液移取量的分档表示；
- 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：宋艳媛、孙云辉、武晶、施可杨、李琳。

本部分于1989年11月以ZB U05 006.5—1989首次发布，1999年6月更改标准号为CB/T 3905.5—1999。

锡基轴承合金化学分析方法

第5部分：二乙基二硫代氨基甲酸钠光度法测定铜量

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—二乙基二硫代氨基甲酸钠光度法测定铜量的原理、试剂、分析步骤、结果计算等。

本部分适用于锡基轴承合金中铜量的测定。测定范围：0.50%~7.00%。

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

试料用盐酸、过氧化氢溶解，用柠檬酸铵掩蔽锡、锑等元素，用乙二胺四乙酸二钠络合铅、镍元素，在含有保护胶的氨性溶液中，用二乙基二硫代氨基甲酸钠与铜(II)离子形成金黄色胶体溶液，于分光光度计波长470 nm处测定铜的吸光度。

4 试剂

4.1 盐酸 ($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。

4.2 过氧化氢 (30%)。

4.3 柠檬酸铵溶液 (50%)。

4.4 阿拉伯树胶溶液 (1%，当天配制)：称取 1 g 阿拉伯树胶粉，用少量水调成浆状，然后加入 100 mL 沸水调匀，若有不溶物可用离心法除去或用脱脂棉花过滤。

4.5 氨水 ($\rho = 0.90 \text{ g/mL}$)。

4.6 二乙基二硫代氨基甲酸钠 (简写 Na DDTC) 溶液 (0.2%)。

4.7 乙二胺四乙酸二钠 (简写 Na_2EDTA) 溶液 (2%)。

4.8 硫酸镁溶液 ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 2%)。

4.9 铜标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯铜于 250 mL 烧杯中，加入 5 mL 硝酸 ($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)，盖上表面皿，加热溶解完全，煮沸，驱尽氮的氧化物，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 0.20 mg 铜。

4.10 铜标准溶液：用移液管量取 50.00 mL 铜标准贮存溶液 (4.9)，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.02 mg 铜。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.1 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,加入10 mL盐酸(4.1)及10 mL水,低温加热溶解,稍冷,滴加过氧化氢(4.2)使试料溶解完全,加热煮沸,分解过量过氧化氢,冷却后移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀(V_0)。

5.3.2 按表1规定,用移液管量取试料溶液(5.3.1)(V_1),置于100 mL容量瓶中。

表1 试料溶液量取量

铜含量, %	移取试料溶液的体积, mL
0.50~2.00	5.00
>2.00~7.00	2.00

5.3.3 加入10 mL柠檬酸铵溶液(4.3),10 mL阿拉伯树胶溶液(4.4¹⁾),10 mL氨水(4.5),充分摇匀后,加入10 mL Na DDTc溶液(4.6),用水稀释至刻度,混匀。

5.3.4 将部分试料溶液(5.3.3)移入1 cm比色皿中,以水为参比溶液,于分光光度计波长470 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铜量(m)。

5.4 工作曲线的绘制

准确量取0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 mL铜标准溶液(4.10),分别置于一组100 mL容量瓶中,以下按5.3.3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。以铜量为横坐标,以吸光度(减去“零”浓度溶液吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

6 结果计算

铜的百分含量,按公式(1)计算:

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

式中:

W_{Cu} ——铜的百分含量的数值,单位为百分数(%);

m ——从工作曲线上查得的铜量的数值,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(铜含量3.44%)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0.11,以大于0.11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(铜含量3.44%)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0.14,以大于0.14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 3905.5—2005;

1) 若试料含有镍时,则加入5 mL Na₂ EDTA溶液(4.7),5 mL 硫酸镁溶液(4.8)。

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