

ICS 77 120 60  
U 05  
备案号: 16167-2005



# 中华人民共和国船舶行业标准

CB/T 3905.7—2005  
代替 CB/T 3905.7-1999

## 锡基轴承合金化学分析方法 第7部分: 丁二酮肟光度法测定镍量

Method for chemical analysis of tin-base bearing alloy —

Part 7: Dimethylglyoxime photometric method  
for the determination of nickel 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7部分。

本部分自实施之日起代替CB/T 3905.7—1999。

本部分和CB/T 3905.7—1999相比，主要有下列变化：

- a) 试料称取量的准确度由1 mg改为0.1 mg；
- b) 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 006.7—1989首次发布，1999年6月更改标准号为CB/T 3905.7—1999。

## 锡基轴承合金化学分析方法

### 第7部分：丁二酮肟光度法测定镍量

#### 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——丁二酮肟光度法测定镍量的原理、试剂、分析步骤、结果计算等。

本部分适用于锡基轴承合金中镍量的测定。测定范围：0.10%~0.40%。

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

试料用盐酸溶解，用酒石酸钾钠掩蔽锡、锑、铅等元素，用乙二胺四乙酸二钠消除铜的干扰，用过硫酸铵氧化镍，在碱性溶液中生成棕色络合物，于分光光度计波长470 nm处测量镍的吸光度。

#### 4 试剂

4.1 盐酸（ $\rho=1.19$  g/mL）。

4.2 过氧化氢（30%）。

4.3 酒石酸钾钠溶液（10%）。

4.4 过硫酸铵溶液（5%，当天配制）。

4.5 氢氧化钠溶液（5%）。

4.6 乙二胺四乙酸二钠（ $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ）溶液（4%）。

4.7 丁二酮肟溶液（1%，用5%氢氧化钠溶液配制）。

4.8 镍标准贮存溶液：称取0.1000 g纯镍置于250 mL烧杯中，加入10 mL硝酸（1+1）溶解，盖上表面皿，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0.10 mg镍。

4.9 镍标准溶液：用移液管量取50.00 mL镍标准贮存溶液（4.8）置于500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.01 mg镍。

#### 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），滴加3 mL过氧化氢（4.2）使试料完全溶解，低温加热煮沸，分解多余的过氧化氢，冷却，移入50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀（ $V_0$ ）。

5.3.2 用移液管量取5.00 mL试料溶液（5.3.1）（ $V_1$ ）于50 mL容量瓶中。

5.3.3 依次加入 5 mL 过硫酸铵溶液 (4.4)、10 mL 酒石酸钾钠溶液 (4.3)、5 mL 丁二酮肟溶液 (4.7)、5 mL 氢氧化钠溶液 (4.5)，摇匀，放置 5 min，加入 5 mL Na<sub>2</sub>EDTA 溶液 (4.6)，用水稀释至刻度，混匀。

5.3.4 参比溶液：用移液管量取 5 mL 试料溶液 (5.3.1) 于 50 mL 容量瓶中，先加入 5 mL Na<sub>2</sub>EDTA 溶液 (4.6)，再加入 5 mL 过硫酸铵溶液 (4.4)、10 mL 酒石酸钾钠溶液 (4.3)、5 mL 丁二酮肟溶液 (4.7)、5 mL 氢氧化钠溶液 (4.5)，摇匀，放置 5 min，用水稀释至刻度，混匀。

5.3.5 将部分试料溶液 (5.3.3) 移入 3 cm 比色皿中，以参比溶液 (5.3.4) 为参比，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，从工作曲线上查得相应的镍量 ( $m_1$ )。

#### 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, 5.00 mL 镍标准溶液 (4.9) 分别置于一组 50 mL 容量瓶中，以下按 5.3.3 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。以镍量为横坐标，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

镍的百分含量，按公式 (1) 计算：

$$W_1 = \{m_1 / [m_b \times (V_1 / V_0)]\} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$W_1$ ——镍的百分含量的数值，单位为百分数 (%)；

$m_1$ ——从工作曲线上查得的镍量的数值，单位为毫克 (mg)；

$m_b$ ——试料的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

$V_1$ ——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 (镍含量 0.23%) 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 0.015，以大于 0.015 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 (镍含量 0.23%) 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 0.023，以大于 0.023 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 3905.7—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