



中华人民共和国船舶行业标准

CB/T 3905.16—2005

代替 CB/T 3905.16-1999

锡基轴承合金化学分析方法 第 16 部分: 蒸馏分离-砷钼蓝光度法 测定砷量

Method for chemical analysis of tin-base bearing alloy —

Part 16: Distillation-arsenic-molybdenum blue photometric method
for the determination of arsenic 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16部分。

本部分自实施之日起代替CB/T 3905.16—1999。

本部分和CB/T 3905.16—1999相比，主要有下列变化：

- a) 测定范围由“ $<0.15\%$ ”改为“ $0.0050\% \sim 0.0500\%$ ”；
- 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 006.16—1989首次发布，1999年6月更改标准号为CB/T 3905.16—1999。

锡基轴承合金化学分析方法

第16部分：蒸馏分离-砷钼蓝光度法

测定砷量

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—蒸馏分离—砷钼蓝光度法测定砷量的原理、试剂、分析步骤、结果计算等。

本部分适用于锡基轴承合金中砷量的测定。测定范围：0.0050%~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

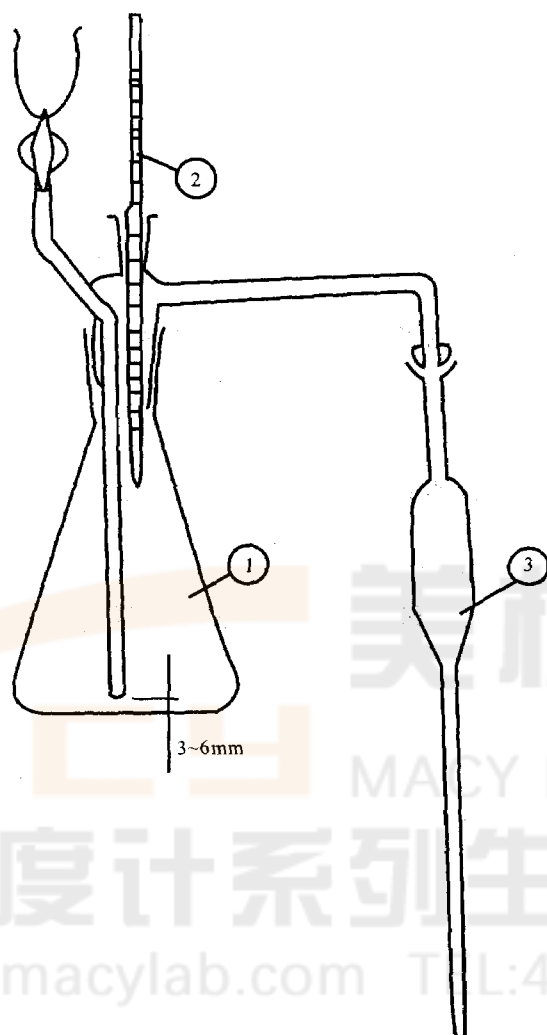
试料以硫酸—硫酸氢钾溶解，加氢溴酸在盐酸介质中，于105℃~110℃使砷成三价砷蒸馏分离出来，在酸性溶液中，用溴酸钾氧化至砷（V）与钼酸铵生成砷（V）钼杂多酸 $H_5[As(Mo_3O_{10})]$ ，用硫酸联胺还原成蓝色，于分光光度计波长660 nm处测量砷的吸光度。

4 试剂

- 4.1 硫酸（ $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ）。
- 4.2 硫酸氢钾。
- 4.3 氢溴酸（ $\rho=1.48\text{ g/mL}$ ）。
- 4.4 硫酸联胺。
- 4.5 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。
- 4.6 氨水（ $\rho=0.90\text{ g/mL}$ ）。
- 4.7 盐酸（1+9）。
- 4.8 溴水（饱和溶液）。
- 4.9 溴酸钾溶液（0.03%）。
- 4.10 钼酸铵溶液（0.5%，当天配制）。
- 4.11 硫酸联胺溶液（0.1%，当天配制）。
- 4.12 砷标准贮存溶液：称取0.1320 g三氧化二砷（优级纯）于1000 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（4.5）摇动，使三氧化二砷溶解，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.1 mg砷。
- 4.13 砷标准溶液：用移液管量取50.00 mL砷标准贮存溶液（4.12）置于500 mL容量瓶中，加入20 mL盐酸（4.5），以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.01 mg砷。
- 4.14 甲基橙指示剂（1 g/L）。

5 仪器

砷蒸馏分离装置见图1。



1—三角烧瓶（500 mL）S24/40；2—温度计（150℃，从磨口的上端到底部的长度为125 mm）S15/25；

3—冷凝管（整根吸量管，约 50 mL）S12/5

图1 砷蒸馏装置

6 分析步骤

6.1 试料

称取1 g试样，精确到0.1 mg (m_0)。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料（6.1）置于 300 mL 蒸馏瓶中，加入 10 mL 硫酸（4.1）及 5 g 硫酸氢钾（4.2），加热使试料溶解，并使硫酸冒浓白烟，冷却；加 5 mL 水及 2 mL 氢溴酸（4.3）、0.3 g 硫酸联胺（4.4）、20 mL 盐酸（4.5），将蒸馏器安装好。

6.3.2 蒸馏器的接收管插入已存有 20 mL 水及 5 mL 饱和溴水 (4.8) 的 100 mL 高型烧杯 (以下称接收杯) 溶液中, 接收杯放在冰水中, 然后进行加热蒸馏, 当温度计达到 110℃ 时即可, 蒸馏完成, 移去蒸馏器。

6.3.3 将接收杯及蒸馏出的溶液煮沸, 使溴除去, 冷却, 移入 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀 (V_0)。

6.3.4 用移液管量取 10.00 mL 试液 (6.3.3) (V_1), 置于 50 mL 容量瓶中。

6.3.5 加入 1 滴甲基橙指示剂 (4.14), 滴加氨水 (4.6) 至溶液恰呈黄色。再滴加盐酸 (4.7) 至恰呈红色, 并过量 1.0 mL, 加入 10 mL 溴酸钾溶液 (4.9), 在 50℃~60℃ 的水浴中, 加热数分钟, 使砷氧化并使指示剂退色, 加入 5 mL 钼酸铵溶液 (4.10)、2.0 mL 硫酸联胺溶液 (4.11), 用水稀释至刻度, 混匀。在沸水浴中加热 10 min, 冷却。

6.3.6 参比溶液: 另取 20 mL 盐酸 (4.5), 置于蒸馏器中, 按 6.3.2 进行操作。

6.3.7 将部分试料溶液 (6.3.5) 移入 5 cm 比色皿中, 以参比溶液 (6.3.6) 为参比, 于分光光度计波长 660 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砷量 (m)。

6.4 工作曲线的绘制

准确量取 0.00, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00 mL 砷标准溶液 (4.13) 分别置于一组 50 mL 容量瓶中, 加入盐酸 (4.7) 使体积为 20 mL, 以下按 6.3.5 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。以砷量为横坐标, 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。

7 分析结果的计算

砷的百分含量, 按公式 (1) 计算:

$$W_{As} = \{m_1 / [m_0 \times (V_1 / V_0)]\} \times 100 \quad \cdots \cdots (1)$$

式中:

W_{As} ——砷的百分含量的数值, 单位为百分数 (%);

m_1 ——从工作曲线上查得的砷量的数值, 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。

8 精密度

8.1 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 (砷含量 0.0056%) 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 0.00064, 以大于 0.00064 的情况不超过 5% 为前提。

8.2 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 (砷含量 0.0056%) 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 0.0018, 以大于 0.0018 的情况不超过 5% 为前提。

9 试验报告

试验报告至少应包括下列内容:

——试料;

——标准号 CB/T 3905.16—2005;

——试验结果, 按第 7 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。



 **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