



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.50—94

钢铁及合金化学分析方法 苯基荧光酮-溴化十六烷基三甲 基胺直接光度法测定锡量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The phenylfluorone-CTMAB direct photometric
method for the determination of tin content

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 苯基荧光酮-溴化十六烷基三甲 基胺直接光度法测定锡量

GB/T 223.50—94

代替 GB 223.50—85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The phenylfluorone-CTMAB direct photometric
method for the determination of tin content

1 主题内容与适用范围

本标准规定用苯基荧光酮-溴化十六烷基三甲基胺直接光度法测定锡量。

本标准适用于生铁、碳钢和低合金钢中锡量的测定。测定范围：0.0050%~0.20%。

2 方法提要

在稀硫酸介质中，锡(IV)与苯基荧光酮-溴化十六烷基三甲基胺组成多元体系，呈稳定的橙红色，于分光光度计波长 536 nm 处测量吸光度。

显色液中钨、钼、钛的含量分别小于 10 μg，铌小于 5 μg，钽小于 2 μg 时无影响。

3 试剂

3.1 高纯铁(锡的含量应当小于 0.0001%)。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 硫酸(1+2)。

3.8 硫酸(1+7)。

3.9 草酸溶液(1%)。

3.10 氢氧化钠溶液(50%)贮于塑料瓶中。

3.11 高锰酸钾溶液(0.5%)。

3.12 抗坏血酸溶液(15%)用时现配。

3.13 溴化十六烷基三甲基胺(CTMAB)(0.044%)：

称取 0.110 g CTMAB，置于 100 mL 烧杯中，加入适量水，微热溶解，过滤于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀(可稳定半个月)。

3.14 苯基荧光酮(0.0096%)：称取 0.048 g 苯基荧光酮，置于 250 mL 烧杯中，加入约 200 mL 无水乙醇、2.5 mL 硫酸(3.6)，于水浴上微热溶解后，移入 500 mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，混匀，转入棕色瓶中(暗处保存可稳定一个半月)。

国家技术监督局 1994-09-26 批准

1995-06-01 实施

3.15 铁溶液:称取 114 g 硫酸铁 $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{XH}_2\text{O}]$,含铁 21%~23%,置于 500 mL 烧杯中,加入 1.0 mL 硫酸(3.7),用适量热水溶解,用水稀释至 500 mL,混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 铁。

3.16 铁溶液:称取 45.5 g 硫酸铁 $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{XH}_2\text{O}]$,含铁 21%~23%,置于 500 mL 烧杯中,加入 1.0 mL 硫酸(3.7),用适量热水溶解,用水稀释至 500 mL,混匀。此溶液 1 mL 含 20 mg 铁。

3.17 锡标准溶液。

3.17.1 称取 0.1000 g 金属锡(99.5%以上)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硫酸(3.5),加热溶解后,继续加热至冒浓厚的三氧化硫白烟,取下,冷却至室温,用硫酸(3.8)移入 1 000 mL 容量瓶中,并用硫酸(3.8)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100.0 μg 锡。

3.17.2 移取 10.00 mL 锡标准溶液(3.17.1),置于 250 mL 容量瓶中,用硫酸(3.8)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 4 μg 锡。现用现配。

4 分析步骤

4.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

含锡量, %	试样量, g
0.005~0.02	1.000
>0.02~0.04	0.500 0
>0.04~0.20	0.100 0

4.2 空白试验

称取与试样量相同的高纯铁(3.1)置于 150 mL 烧杯中,随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 10~20 mL 盐酸(3.3),微热溶解,滴加硝酸(3.4)氧化二价铁[如试样不溶,可用适宜比例的盐酸(3.3)-硝酸(3.4)混合酸溶解]。试样溶完后,冷却,加入 14~28 mL 硫酸(3.6),徐徐加热至冒三氧化硫浓白烟。取下冷却,加入适量水,微热溶解盐类。冷却后移入 100 mL 容量瓶中[铸铁等含石墨碳高的试样和高硅钢等含硅高的试样,立即用快速滤纸滤于 100 mL 容量瓶中,用 10 mL 硫酸(3.8)分 4 次洗涤残渣和滤纸,再用水洗几次],用水稀释至刻度,混匀。移取 10.00 mL 试液置于 50 mL 容量瓶中。

4.3.2 滴加氢氧化钠溶液(3.10)至出现的棕红色氢氧化铁不再溶解,再滴加硫酸(3.7)至氢氧化铁沉淀刚刚溶解,放置至室温。

4.3.3 加入 1.5 mL 硫酸(3.6),滴加高锰酸钾溶液(3.11)至溶液呈紫红色并于 30 s 内不褪色。加入 2 mL 抗坏血酸溶液(3.12),混匀,放置 30 s。再加入 1.0 mL 草酸溶液(3.9)、2.0 mL CTMAB 溶液(3.13),每加入一种试剂均须混匀。再边摇边加入 2.00 mL 苯基荧光酮溶液(3.14),用水稀释至刻度,充分混匀,于室温放置 20 min。将部分溶液移入 1~2 cm 吸收皿中,以水为参比液,于分光光度计波长 536 nm 处测量吸光度。减去随同试样所做空白溶液的吸光度。从工作曲线上查出相应的锡量。

4.4 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00、4.00 mL 锡标准溶液(3.17.2),分别置于 7 个 50 mL 容量瓶中,再于各容量瓶中,加入含铁量与分取发色试液中含铁量相近(允许波动 5 mg)的铁溶液(3.15 或 3.16),用水调节溶液体积至 10 mL,以下按 4.3.2~4.3.3 进行。测量其吸光度,减去补偿溶液的吸光度,以锡量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算锡的百分含量:

$$\text{Sn}(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: V —— 试液总体积, mL;

V_1 —— 分取试液体积, mL;

m_1 —— 从工作曲线上查得的锡量, g;

m —— 试样量, g。

6 精密度

本标准的精密度是在 1992 年选择 7 个水平由 8 个实验室共同试验结果确定的。精密度见表 2。

表 2

水平范围, % (m/m)	重复性 r	再现性 R
0.0050~0.20	$r = 0.0001829 + 0.06573 m$	$R = 0.0002655 + 0.08680 m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表中所列精密度函数式计算出的重复性或再现性数值, 则认为这两个结果是可疑的。

附 录 A
精密度试验原始数据
(补充件)

数 据 实 验 室	水 平	1	2	3	4	5	6	7
1		0.006 0	0.008 3	0.014 2	0.020 2	0.034 5	0.108	0.213
		0.005 3	0.008 6	0.014 7	0.021 6	0.034 4	0.117	0.215
		0.005 1	0.008 3	0.015 6	0.022 9	0.035 5	0.115	0.227
2		0.005 2	0.008 6	0.013 8	0.023 0	0.033 2	0.111	0.218
		0.005 4	0.008 3	0.013 8	0.022 8	0.033 4	0.110	0.212
		0.005 3	0.008 3	0.013 5	0.022 7	0.033 8	0.111	0.220
3		0.005 6	0.008 6	0.013 9	0.023 6	0.033 2	0.114	0.213
		0.005 5	0.008 7	0.014 3	0.023 2	0.034 0	0.112	0.224
		0.005 8	0.008 7	0.014 0	0.023 4	0.035 0	0.116	0.218
4		0.005 9	0.008 5	0.013 7	0.023 2	0.032 2	0.112	0.221
		0.005 8	0.008 4	0.013 8	0.023 5	0.032 4	0.106	0.226
		0.005 9	0.008 5	0.014 0	0.023 9	0.032 4	0.108	0.227
5		0.005 2	0.007 4	0.012 5	0.021 8	0.033 1		0.233
		0.005 6	0.007 2	0.012 6	0.021 5	0.032 8		0.226
		0.005 2	0.007 7	0.013 8	0.023 8	0.034 6		0.219
6		0.005 6	0.008 6	0.012 3	0.021 7	0.032 6	0.114	0.228
		0.005 5	0.008 7	0.012 4	0.021 7	0.032 2	0.112	0.226
		0.005 5	0.008 5	0.013 0	0.022 7	0.033 0	0.114	0.228
7		0.005 4	0.008 2	0.012 0	0.022 0	0.032 6	0.109	0.220
		0.005 3	0.008 4	0.013 3	0.022 2	0.033 8	0.111	0.219
		0.005 5	0.008 6	0.013 6	0.023 5	0.033 6	0.110	0.215

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准主要起草人王玉兴。

本标准水平等级标记 GB/T 223.50—94 I

(京)新登字 023 号

GB/T 223.50—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢铁及合金化学分析方法
苯基荧光酮-溴化十六烷基三甲
基胺直接光度法测定锡量

GB/T 223.50—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

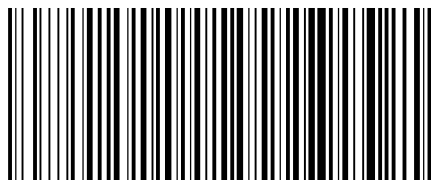
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8千字
1995年5月第一版 1995年5月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-11440 定价 8.00 元

*

标 目 262—08



GB/T 223.50-1994