



中华人民共和国国家标准

GB/T 20127.13—2006

钢铁及合金 痕量元素的测定 第 13 部分:碘化物萃取-苯基荧光酮光度法 测定锡含量

Steel and alloy—Determination of trace element contents—
Part 13: Determination of tin content by iodide extraction-
phenylfluorone photometric method

2006-03-02 发布

2006-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 20127《钢铁及合金 痕量元素的测定》分为 13 个部分：

- 第 1 部分：石墨炉原子吸收光谱法测定银含量；
- 第 2 部分：氢化物发生-原子荧光光谱法测定砷含量；
- 第 3 部分：电感耦合等离子体光谱法测定钙、镁和钡含量；
- 第 4 部分：石墨炉原子吸收光谱法测定铜含量；
- 第 5 部分：萃取分离-罗丹明 B 光度法测定镉含量；
- 第 6 部分：没食子酸-示波极谱法测定锆含量；
- 第 7 部分：示波极谱法测定铅含量；
- 第 8 部分：氢化物发生-原子荧光光谱法测定铈含量；
- 第 9 部分：电感耦合等离子体光谱法测定钪含量；
- 第 10 部分：氢化物发生-原子荧光光谱法测定硒含量；
- 第 11 部分：电感耦合等离子体质谱法测定铟和铊含量；
- 第 12 部分：火焰原子吸收光谱法测定锌含量；
- 第 13 部分：碘化物萃取-苯基荧光酮光度法测定锡含量。

本部分为 GB/T 20127 的第 13 部分。

本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：钢铁研究总院。

本部分参加起草单位：重庆特殊钢公司、本溪钢铁公司、北京航空材料研究院。

本部分主要起草人：戈儒彬、唐本玲、胡晓燕。

钢铁及合金 痕量元素的测定

第13部分:碘化物萃取-苯基荧光酮光度法

测定锡含量

1 范围

本部分规定了用碘化物萃取-苯基荧光酮光度法测定锡含量的方法。

本方法适用于高温合金中质量分数为0.000 5%~0.010%锡含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过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(不包括勘误的内容)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 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

GB/T 6379(所有部分) 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)

3 原理

试料以适宜比例的盐酸、硝酸混合酸溶解。在9 mol/L硫酸溶液中,加入碘化钾与锡生成碘化物 $[\text{SnI}_6]^{2-}$,以苯萃取与其它元素分离,然后用稀硫酸反萃取。在0.5 mol/L硫酸酸度下,锡与苯基荧光酮、溴化十六烷基三甲基铵生成橙红色三元络合物,于分光光度计波长535 nm处测量其吸光度。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

- 4.1 苯,分析纯。
- 4.2 无水乙醇,分析纯。
- 4.3 盐酸, ρ 约1.19 g/mL。
- 4.4 硝酸, ρ 约1.42 g/mL。
- 4.5 硫酸, ρ 约1.84 g/mL。
- 4.6 硫酸,1+1,以 ρ 约1.84 g/mL稀释。
- 4.7 硫酸,1+2,以 ρ 约1.84 g/mL稀释。
- 4.8 硫酸,1+4,以 ρ 约1.84 g/mL稀释。
- 4.9 硫酸,1+7,以 ρ 约1.84 g/mL稀释。
- 4.10 硫酸, $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.8\text{ mol/L}$

以 ρ 约1.84 g/mL稀释。

- 4.11 碘化钾(分析纯)溶液,5 mol/L。

83 g碘化钾溶于水后稀释至100 mL,用时现配。

- 4.12 亚硫酸钠(分析纯)溶液,200 g/L。

- 4.13 萃取洗涤溶液

取90 mL硫酸(4.8),10 mL碘化钾(4.11),1 mL亚硫酸钠溶液(4.12),混匀,用时现配。

- 4.14 对硝基酚(分析纯)溶液,1 g/L。
4.15 氢氧化钠溶液,500 g/L。
4.16 草酸溶液,10 g/L。
4.17 溴化十六烷基三甲基铵(分析纯)溶液(CTMAB),0.44 g/L。

称 0.110 g 溴化十六烷基三甲基铵于 100 mL 烧杯中,加适量水,微热溶解后快速过滤于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀(稳定半个月)。

- 4.18 苯基荧光酮(分析纯)溶液,0.096 g/L。

称 0.048 g 苯基荧光酮置于 250 mL 烧杯中,加入 200 mL 无水乙醇(4.2),2.5 mL 硫酸(4.6),于水浴上微热溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用无水乙醇(4.2)稀释至刻度,摇匀(暗处稳定一个半月)。

- 4.19 锡标准溶液

- 4.19.1 锡贮备液,100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

称取高纯锡(质量分数大于 99.99%)0.100 0 g 于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 硫酸(4.5)加热溶解后,冒三氧化硫白烟,取下冷却至室温,用硫酸(4.9)移入 1L 容量瓶中,以硫酸(4.9)稀释至刻度,混匀。

此贮备液 1 mL 含 100.0 μg 锡。

- 4.19.2 锡标准溶液,5.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

移取 10.0 mL 锡贮备液(4.19.1)于 200 mL 容量瓶中,用硫酸(4.9)稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 5.00 μg 锡。

5 仪器

分光光度计。

6 取制样

按 GB/T 20066 或适当的国家标准取制样。

7 分析步骤

7.1 试料量

根据锡含量按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1

锡含量(质量分数)/%	试料量/g
0.000 5~0.002	1.00
>0.002~0.005	0.40
>0.005~0.010	0.20

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 试料处理

7.3.1 将试料(7.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 15 mL 适宜比例的盐酸(4.3)、硝酸(4.4)混合酸,缓慢加热至试料完全溶解(含硅高的试料,滴加氢氟酸助溶),加 40 mL 硫酸(4.6)蒸发至冒浓三氧化硫白烟,取下冷却,缓慢加入 40 mL 水,低温加热至盐类溶解后,蒸发溶液至体积约 30 mL,冷却后,转移至 50 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。如有沉淀放置澄清。

7.3.2 移取 25.00 mL 清液于 60 mL 分液漏斗中,加入 7 mL 水,混匀,加入 4 mL 碘化钾溶液(4.11),摇匀,加入 4 mL 亚硫酸钠溶液(4.12),混匀,放置片刻至铁还原。加入 15 mL 苯(4.1),振荡 2 min,分

层后弃去水相,有机相以萃取洗涤液(4.13)洗涤3次,每次10 mL,振荡30 s,分层后弃去水相,用水将漏斗颈吹洗干净。准确加入5.0 mL 硫酸(4.10),振荡1 min,分层后水相放入50 mL 容量瓶中,再加入5 mL 硫酸(4.10),振荡1 min,合并水相。

7.4 测量

滴加1滴对硝基酚溶液(4.14),加水至体积约20 mL,用氢氧化钠溶液(4.15)中和至呈黄色,立即滴加硫酸(4.7)至黄色刚消失,加入1.5 mL 硫酸(4.6),1 mL 草酸溶液(4.16),2 mL CTMAB(4.17),2 mL 苯基荧光酮溶液(4.18),每加入一种试剂均混匀,用水稀释至刻度,混匀。放置20 min。移入2 cm 比色皿中,以水为参比,于分光光度计波长535 nm处测量吸光度。

测得的试液的吸光度值减去空白溶液的吸光度值,得净吸光度值。从工作曲线上查出相应的锡量。

7.5 工作曲线的绘制

移取0.050、1.00、2.00、3.00、4.00 mL 锡标准溶液(4.19.2)分别置于50 mL 容量瓶中,以下操作按7.4进行。测得的标准溶液的吸光度值减去零校准溶液的吸光度值,得净吸光度值。

以锡的质量为横坐标,净吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线。

8 结果计算

锡含量以质量分数 w_{Sn} ,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_{\text{Sn}} = \frac{m_1 \times V \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——分取试液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——试液总体积的数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——从工作曲线上查得的锡含量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

计算结果保留2位有效数字。

9 精密度

本部分的精密度数据是在2003年由4个实验室对锡含量的3个水平进行共同试验所确定的。按照GB/T 6379的规定各实验室对锡含量的每个水平测定8次完成的。各实验室报出的原始数据(测定值)见附录A(资料性附录)。原始数据按照GB/T 6379进行统计分析,精密度见表2。

表2 精密度

锡含量(质量分数)/%	重复性限 r	再现性限 R
0.000 9	0.000 1	0.000 3
0.004	0.000 3	0.000 7
0.009	0.000 8	0.001 0

在以上表2给出的范围内,重复性限 r 、再现性限 R 采用线性内插法求得。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限 r ,大于重复性限 r 的情况以不超过5%为前提;

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限 R ,大于再现性限 R 的情

况以不超过 5%为前提。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料；
- b) 参考本部分所用的方法；
- c) 试验结果及表示；
- d) 试验中观察到的异常现象；
- e) 任何本部分中未规定的操作，或任何可能影响结果的操作。

附 录 A
(提示的附录)

碘化物萃取-苯基荧光酮光度法测定锡含量的精密度试验原始数据

表 A.1

实验室	锡含量(质量分数)/%					
	0.000 9		0.004		0.009	
1	0.00089	0.00090	0.00422	0.00423	0.00931	0.00926
	0.00090	0.00093	0.00427	0.00419	0.00930	0.00920
	0.00093	0.00089	0.00421	0.00418	0.00924	0.00918
	0.00093	0.00095	0.00425	0.00415	0.00922	0.00913
2	0.00095	0.00094	0.00430	0.00428	0.00950	0.00960
	0.00100	0.00098	0.00422	0.00432	0.00930	0.00945
	0.00099	0.00101	0.00445	0.00438	0.00965	0.00925
	0.00100	0.00103	0.00415	0.00450	0.00975	0.00945
3	0.00084	0.00085	0.00461	0.00458	0.00882	0.00874
	0.00085	0.00085	0.00447	0.00453	0.00865	0.00940
	0.00087	0.00087	0.00448	0.00459	0.00956	0.00947
	0.00090	0.00092	0.00428	0.00429	0.00849	0.00820
4	0.00073	0.00077	0.00383	0.00397	0.00855	0.00874
	0.00072	0.00081	0.00403	0.00404	0.00896	0.00891
	0.00081	0.00083	0.00403	0.00385	0.00873	0.00880
	0.00087	0.00084	0.00409	0.00404	0.00909	0.00906