



中国船舶工业总公司部标准

CB 1160.1~1160.13-86

船舶螺旋桨用铸造铝铍钴青铜
化学分析方法

1986-04-14发布

1987-05-01实施

中国船舶工业总公司 批准

船舶螺旋桨用铸造铝铍钴青铜
化学分析方法
二甲酚橙光度法测定铅量

CB 1160.10-86
组别: U05

本标准适用于船舶螺旋桨用铸造铝铍钴青铜中铅量的测定。测定范围: 0.0010%~0.0500%。
本标准遵守CB 1160.1-86《船舶螺旋桨用铸造铝铍钴青铜化学分析方法 总则》。

1 方法提要

试样用硫酸-过氧化氢溶解。加硝酸铊作聚集剂用硫酸沉淀分离,然后将沉淀转为碳酸盐再溶于硝酸中。在pH 5.1~5.9时铅与二甲酚橙形成红色络合物,于分光光度计波长570nm处进行铅量的测定。

2 试剂

- 2.1 硫酸(1+4)。
- 2.2 过氧化氢(30%)。
- 2.3 盐酸羟胺溶液(5%)。
- 2.4 硝酸铊溶液(5%)。
- 2.5 硫酸(密度1.84)。
- 2.6 硫酸洗涤液: 100mL洗涤液中含2mL硫酸(2.5), 5g过硫酸铵。
- 2.7 碳酸钠溶液(10%)。
- 2.8 硝酸(1+1)。
- 2.9 2,4-硝基酚指示剂溶液(0.2%)。
- 2.10 氨水(密度0.90)。
- 2.11 硝酸(1+3)。
- 2.12 六次甲基四胺缓冲溶液(pH5.6): 称取300g六次甲基四胺溶解于800mL水中,加入40.00mL盐酸(2.13)混匀后,用水稀释至1000mL。
- 2.13 盐酸(密度1.19)。
- 2.14 联合掩蔽剂溶液: 称取0.25g硫脲、0.25g抗坏血酸、0.25g氟化铵同时溶解于水中并稀释至100mL混匀,使用时配制。
- 2.15 邻菲罗啉溶液(0.05%): 称取0.05g邻菲罗啉先用几滴硝酸(2.8)溶解后,再稀释至100mL混匀,使用时配制。
- 2.16 二甲酚橙溶液(0.02%), 使用时配制。
- 2.17 铅标准溶液: 称取0.5000g纯铅置于150mL锥形瓶中,加入10mL硝酸(2.8)加热溶解完全并煮沸驱尽氮的氧化物。冷却至室温后移入500mL容量瓶中用水稀释至刻度混匀。此溶液1mL含1.0mg铅。
- 2.18 铅标准溶液: 移取10.00mL铅标准溶液(2.17)置于200mL容量瓶中,加入5mL硝酸(2.8)用水稀释至刻度混匀。此溶液1mL含50.0μg铅。

3 分析步骤

3.1 试样量及溶解酸

按表 1 称取试样和加入溶解用硫酸。

表 1

铅含量 %	称取试样量 g	硫酸 (2.1) 用量 mL
0.0010 ~ 0.0050	2.5000	30.0
>0.0050 ~ 0.0100	1.5000	25.0
>0.0100 ~ 0.0500	0.5000	21.0

3.2 按表 1 称取试样置于 250mL 烧杯中 (随同试样做空白), 按表 1 加入硫酸 (2.1), 分次加入 10~15mL 过氧化氢 (2.2) 至试样溶解完全, 煮沸驱尽多余的过氧化氢。加入 5mL 盐酸羟胺溶液 (2.3) 加水至总体积约为 100mL, 加热煮沸, 趁热滴加入 5.0mL 硝酸铈溶液 (2.4), 再煮沸 3~5 min, 取下放置 10min 后, 用致密滤纸过滤, 用热的硫酸洗涤液 (2.6) 洗涤沉淀 7~8 次, 再用热水洗涤 5~6 次。

3.3 将沉淀 (3.2) 用水冲洗入原烧杯中 (展开滤纸冲洗), 加入 10mL 碳酸钠溶液 (2.7) 加热至沸并保持 20~30min, 取下稍冷, 用原滤纸过滤, 沉淀用热水洗涤 5~6 次, 用 3~5mL 硝酸 (2.8) 将沉淀溶解于原烧杯中, 用水洗涤滤纸 5~6 次, 滤液加热至沸并浓缩至 20mL 左右, 冷却至室温后移入 50mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度混匀。

3.4 移取 10.00mL 试液 (3.3) 置于 50mL 容量瓶中, 滴加 2 滴 2.4=硝基酚指示剂溶液 (2.9), 滴加氨水 (2.10) 至黄色, 立即滴加硝酸 (2.11) 至黄色恰好消失, 加入 5.0mL 六次甲基四胺缓冲溶液 (2.12)、2.0mL 联合掩蔽剂溶液 (2.14)、2.0mL 邻菲罗啉溶液 (2.15)、1.50mL 二甲酚橙溶液 (2.16), 用水稀释至刻度混匀。将部分溶液移入 5cm 比色皿中, 以空白溶液为参比溶液, 于分光光度计波长 570nm 处测量其吸光度。由工作曲线上查得铅量。

3.5 工作曲线的绘制: 按表 1 称取纯铜六份, 分别置于六只 250mL 烧杯中, 依次加入 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 铅标准溶液 (2.18), 按表 1 加入硫酸 (2.1), 以下按 3.2~3.4 进行。以不加铅标准溶液的试液为参比溶液测量其吸光度。以铅量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4 分析结果计算

按下式计算铅的百分含量:

$$\text{Pb} (\%) = \frac{m_1}{m \cdot B} \times 100$$

式中: m_1 ——分取试样溶液中铅的测得量, g;

B ——试样溶液的分配比;

m ——试样称取量, g。

5 允许差

表 2

%

铅 含 量	允 许 差
0.0010 ~ 0.0050	0.0005
>0.0050 ~ 0.0100	0.0015
>0.0100 ~ 0.0300	0.0030
>0.0300 ~ 0.0500	0.0050

附加说明:

本标准由船舶材料标准归口组提出,由第七二五所归口。

本标准由第七二五所负责起草。

本标准主要起草人鄂永安。