



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
中国国家标准化管理委员会 发布

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 光度法测定镓含量；
- 第 6 部分：没食子酸-示波极谱法测定锗含量；
- 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。