



中华人民共和国国家标准

GB/T 20127.5—2006

钢铁及合金 痕量元素的测定 第5部分：萃取分离-罗丹明 B 光度法 测定镓含量

Steel and alloy—Determination of trace element contents—
Part 5: Determination of gallium content by extraction separation
-rhodamine B 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 在《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：电感耦合等离子体发射光谱法测定钙、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：电感耦合等离子体发射光谱法测定钪含量；
- 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 5 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：北京航空材料研究院、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：余定志、钱承敬。

钢铁及合金 痕量元素的测定

第5部分：萃取分离-罗丹明B光度法

测定镓含量

1 范围

本部分规定了用萃取分离-罗丹明B光度法测定高温合金中的镓含量。

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

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6 mol/L盐酸溶液中，加入三氯化钛，用甲苯-甲基异丁基甲酮萃取镓与其他元素分离。在硫脲和三氯化钛存在下，加入罗丹明B显色。在分光光度计上于560 nm波长处测量有机相的吸光度。

4 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用优级纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 盐酸， ρ 约1.19 g/mL。

4.2 盐酸1+1，以盐酸(ρ 约1.19 g/mL)稀释。

4.3 硝酸， ρ 约1.42 g/mL。

4.4 硫酸， ρ 约1.84 g/mL。

4.5 硫酸1+1，以硫酸(ρ 约1.83 g/mL)稀释。

4.6 三氯化钛溶液，200 g/L。

4.7 甲苯-甲基异丁基甲酮混合液：三份甲苯与二份甲基异丁基甲酮混匀。

4.8 硫脲溶液，50 g/L。

将2.5 g硫脲溶于500 mL盐酸(4.2)中。

4.9 罗丹明B溶液(1 g/L)：将0.5 g罗丹明B溶于盐酸(4.2)中，移入500 mL容量瓶中，用盐酸(4.2)稀释至刻度，摇匀。

4.10 镓标准溶液

4.10.1 镓贮备液，50.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

称取纯镓0.050 0 g于100 mL烧杯中，加入20 mL盐酸(4.2)，加热溶解完全[必要时可加入1~2滴硝酸(4.3)]，煮沸，冷却，移入1 000 mL容量瓶中，以盐酸(4.2)稀释至刻度，混匀。

此贮备溶液1 mL含50.0 μg 镓。

4.10.2 镓标准溶液，1.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

移取 10 mL 镉贮备液(4.10.1)于 500 mL 容量瓶中,用盐酸(4.2)稀释至刻度,混匀。
此溶液 1 mL 含 1.00 μg 镉。

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

根据镉含量按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1

| 镉含量(质量分数)/% | 试料量/g |
|---------------|-------|
| 0.000 5~0.005 | 0.25 |
| >0.005~0.010 | 0.10 |

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料处理

将试料(7.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 适宜比例的盐酸(4.1)、硝酸(4.3)混合酸缓慢加热至试样完全溶解,加 3 mL 硫酸(4.5)蒸发至冒浓三氧化硫白烟,取下冷却,用水吹洗杯壁,继续加热冒三氧化硫白烟近干。取下冷却,加入 10 mL 盐酸(4.2)微热使盐类溶解,用盐酸(4.2)转移入 25 mL 容量瓶中,并用此酸稀释至刻度,混匀。如有沉淀,放置澄清或用快速滤纸干过滤。

7.3.2 萃取

移取清液 5.00 mL(含量为 0.000 5~0.005 %时取 10.00 mL)于 50 mL 分液漏斗中,用盐酸(4.2)稀释到 15 mL,边摇动边加入三氯化钛溶液(4.6)至呈现紫色,准确加入 10.00 mL 甲苯-甲基异丁基甲酮混合液(4.7),剧烈振荡 30 s,分层后弃去水相。有机相用盐酸(4.2)洗 2 次,每次 5 mL,振荡 15 s,分层后弃去水相。

7.3.3 显色和测量

加入 10 mL 硫脲液(4.8)、0.5 mL 三氯化钛溶液(4.6),混匀,加入 2 mL 罗丹明 B 溶液(4.9),振荡 30 s,分层后弃去水相,将有机相用脱脂棉过滤于 4 cm 比色皿中,以水为参比,于分光光度计上 560 nm 波长处测量吸光度。

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镉量。

7.4 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 镉标准溶液(4.10.2)置于 50 mL 分液漏斗中,用盐酸(4.2)稀释至 15 mL,边摇动边加入三氯化钛溶液(4.6)至呈现紫色,准确加入 10 mL 甲苯-甲基异丁基甲酮混合液(4.7),剧烈振荡 30 s,分层后弃去水相。以下操作按 7.3.3 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。

以镉的质量为横坐标,净吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线。

8 结果的计算

镉含量以质量分数 w_{Cd} 计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

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

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镓含量的数值,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 6 个实验室对镓的 3 个水平进行共同试验所确定的。按照 GB/T 6379 的规定各实验室对镓的每个水平测定 4 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

| 镓含量(质量分数)/% | 重复性限 r | 再现性限 R |
|-------------|-------------|-----------|
| 0.000 480 | 0.000 126 9 | 0.000 152 |
| 0.002 91 | 0.000 61 | 0.000 63 |
| 0.005 27 | 0.000 74 | 0.000 79 |

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

实验报告应包括以下内容:

- 识别样品、实验室及分析数据所需的全部资料;
- 引用本部分所得用的方法;
- 结果及表达形式;
- 测量过程中观察到的异常现象;
- 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
(资料性附录)

萃取分离-罗丹明 B 光度法测定镉含量的精密度试验原始数据

表 A.1

| 实验室 | 镉含量(质量分数)/% | | |
|-----|-------------|---------|---------|
| | 0.00480 | 0.00291 | 0.00527 |
| 1 | 0.000488 | 0.00295 | 0.00497 |
| | 0.000439 | 0.00307 | 0.00523 |
| | 0.000483 | 0.00280 | 0.00537 |
| | 0.000468 | 0.00271 | 0.00528 |
| 2 | 0.00057 | 0.00264 | 0.00552 |
| | 0.000517 | 0.00259 | 0.00547 |
| | 0.00042 | 0.00317 | 0.00547 |
| | 0.000541 | 0.00273 | 0.00547 |
| 3 | 0.00044 | 0.00273 | 0.00499 |
| | 0.00051 | 0.0027 | 0.00546 |
| | 0.00039 | 0.00281 | 0.00542 |
| | 0.00042 | 0.00293 | 0.00514 |
| 4 | 0.00049 | 0.00316 | 0.00528 |
| | 0.0004 | 0.00301 | 0.00501 |
| | 0.00041 | 0.00283 | 0.00496 |
| | 0.00045 | 0.00282 | 0.00547 |
| 5 | 0.00055 | 0.00282 | 0.00551 |
| | 0.00047 | 0.00336 | 0.00604 |
| | 0.00052 | 0.00312 | 0.00543 |
| | 0.00044 | 0.00251 | 0.00484 |
| 6 | 0.00052 | 0.00327 | 0.00532 |
| | 0.00054 | 0.00316 | 0.00501 |
| | 0.00049 | 0.00295 | 0.00492 |
| | 0.00056 | 0.00307 | 0.00492 |