



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.2—2019
代替 GB/T 13747.2—1992

锆及锆合金化学分析方法 第2部分： 铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法 和电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 2: Determination of iron content—
1,10-phenanthroline spectrophotometry and
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2019-12-31 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 13747《锆及锆合金化学分析方法》拟分为 27 个部分：

- 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法和苯基荧光酮-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 4 部分：铬量的测定 二苯卡巴肼分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法；
- 第 6 部分：铜量的测定 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法；
- 第 9 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 11 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 12 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：铅量的测定 极谱法；
- 第 14 部分：铀量的测定 极谱法；
- 第 15 部分：硼量的测定 姜黄素分光光度法；
- 第 16 部分：氯量的测定 氯化银浊度法和离子选择性电极法；
- 第 17 部分：镉量的测定 极谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 苯甲酰苯基羟胺分光光度法；
- 第 19 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 20 部分：钪量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 21 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 22 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 23 部分：氮量的测定 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法；
- 第 24 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 25 部分：铈量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 26 部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 27 部分：痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 13747 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 13747.2—1992《锆及锆合金化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量》。本部分与 GB/T 13747.2—1992 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 测定范围从 0.010%~0.250% 扩大到 0.010%~0.40% (见第 1 章, 1992 年版的第 1 章)；
- 取消了引用标准 (见 1992 年版的第 2 章)；
- 增加了样品条款 (见 2.4)；
- 对称样量进行了调整 (见 2.5.1, 1992 年版的 6.1)；
- 试液的酸度调节做了部分调整 (见 2.5.4.2 和 2.5.4.3, 1992 年版的 6.3.2、6.3.3)；
- 铁的显色从室温调整为 70℃~80℃ 水浴中加热 15 min (见 2.5.4.3, 1992 年版的 6.3.4)；

——增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法,测定范围为 0.010%~0.40%(见第 3 章);

——增加了精密度条款(见 2.7 和 3.7);

——增加了试验报告条款(见第 4 章)。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:广东省工业分析检测中心、西安汉唐分析检测有限公司、西部金属材料股份有限公司、宝钛集团有限公司、北矿检测技术有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、金堆城铝业股份有限公司。

本部分起草人:熊晓燕、麦丽碧、刘标、王津、禄妮、周恺、张斌、赵武利、白焕焕、周航、李维敏、李帆、惠泊宁、谢明明、柴玉青。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.2—1992。

锆及锆合金化学分析方法 第2部分： 铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法 和电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中铁含量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中铁含量的测定。测定范围：0.010%~0.40%。方法一为仲裁方法。

2 方法一 1,10-二氮杂菲分光光度法

2.1 原理

试料用硫酸-硫酸铵分解,用柠檬酸络合锆,以盐酸羟胺将 Fe^{3+} 还原为 Fe^{2+} 。在 pH 6 左右, Fe^{2+} 与 1,10-二氮杂菲生成红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

2.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

2.2.1 盐酸(1+1)。

2.2.2 硫酸铵。

2.2.3 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

2.2.4 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

2.2.5 柠檬酸溶液(500 g/L)。

2.2.6 乙酸-乙酸铵缓冲溶液:称取 500 g 乙酸铵用水溶解,加入 20 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

2.2.7 氨水(1+1)。

2.2.8 1,10-二氮杂菲溶液(5 g/L):称取 0.5 g 1,10-二氮杂菲溶解于 20 mL 无水乙醇中,以水稀释至 100 mL,混匀,贮存于棕色瓶中。

2.2.9 铁标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铁($w_{\text{Fe}}\geq 99.99\%$),置于 200 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(2.2.1),低温加热至完全分解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

2.2.10 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(2.2.9)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。

2.3 仪器

分光光度计。

2.4 样品

将样品加工成长度不大于 5 mm 的碎屑。