



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.1~13747.24—92

锆及锆合金化学分析方法

Method for chemical analysis of
zirconium and zirconium alloys

1992-11-05 发布

1993-06-01 实施

国家技术监督局 发布

目 录

GB/T 13747.1—92	锆及锆合金化学分析方法	锡量测定	(1)
GB/T 13747.2—92	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	(6)
GB/T 13747.3—92	锆及锆合金化学分析方法	丁二酮肟分光光度法测定镍量	(9)
GB/T 13747.4—92	锆及锆合金化学分析方法	二苯卡巴肼分光光度法测定铬量	(12)
GB/T 13747.5—92	锆及锆合金化学分析方法	铬天青 S 分光光度法测定铝量	(15)
GB/T 13747.6—92	锆及锆合金化学分析方法	2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲分光光度法 测定铜量	(18)
GB/T 13747.7—92	锆及锆合金化学分析方法	高碘酸盐分光光度法测定锰量	(21)
GB/T 13747.8—92	锆及锆合金化学分析方法	亚硝基 R 盐分光光度法测定钴量	(24)
GB/T 13747.9—92	锆及锆合金化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定镁量	(27)
GB/T 13747.10—92	锆及锆合金化学分析方法	硫氰酸盐分光光度法测定钨量	(30)
GB/T 13747.11—92	锆及锆合金化学分析方法	硫氰酸盐分光光度法测定钼量	(33)
GB/T 13747.12—92	锆及锆合金化学分析方法	钼蓝分光光度法测定硅量	(36)
GB/T 13747.13—92	锆及锆合金化学分析方法	示波极谱法测定铅量	(39)
GB/T 13747.14—92	锆及锆合金化学分析方法	催化示波极谱法测定铀量	(42)
GB/T 13747.15—92	锆及锆合金化学分析方法	姜黄素分光光度法测定硼量	(45)
GB/T 13747.16—92	锆及锆合金化学分析方法	氯化银浊度法测定氯量	(48)
GB/T 13747.17—92	锆及锆合金化学分析方法	示波极谱法测定镉量	(50)
GB/T 13747.18—92	锆及锆合金化学分析方法	苯甲酰苯基羟胺分光光度法测定钒量	(53)
GB/T 13747.19—92	锆及锆合金化学分析方法	二安替比林甲烷分光光度法测定钛量	(56)
GB/T 13747.20—92	锆及锆合金化学分析方法	发射光谱法测定铈量	(59)
GB/T 13747.21—92	锆及锆合金化学分析方法	真空加热气相色谱法测定氢量	(62)
GB/T 13747.22—92	锆及锆合金化学分析方法	惰气熔融库仑法测定氧量	(65)
GB/T 13747.23—92	锆及锆合金化学分析方法	蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法测定 氮量	(68)
GB/T 13747.24—92	锆及锆合金化学分析方法	库仑法测定碳量	(71)

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 锡量测定

GB/T 13747.1-92

Zirconium and zirconium alloys—
Determination of tin content

第一篇 碘酸钾滴定法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆合金中锡含量的测定方法。

本标准适用于锆合金中锡含量的测定。测定范围:0.50%~3.00%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料用硫酸-硫酸铵分解,在盐酸介质中,用氟离子掩蔽杂质元素。用铝片将锡(IV)还原为锡(II),以淀粉溶液为指示剂,用碘酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈现蓝色为终点。

4 试剂

4.1 硫酸铵。

4.2 氟化铵。

4.3 铝片。

4.4 硫酸(ρ 1.84g/mL)。

4.5 盐酸(ρ 1.19g/mL)。

4.6 碳酸氢钠饱和溶液。

4.7 锡标准溶液:称取 1.000 0g 金属锡(99.95%)置于 250mL 烧杯中,加入 100mL 盐酸(1+1)低温加热溶解,冷却后移入 1 000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 1mg 锡。

4.8 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{6}\text{KIO}_3)=0.02\text{mol/L}$]。

4.8.1 配制:称取 1g 氢氧化钠,10g 碘化钾溶于 200mL 水中,称取 0.7133g 碘酸钾溶解于该溶液中,移入 1 000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

注:所用水需预先煮沸,冷却后使用。

4.8.2 标定:移取 3 份 20.0mL 锡标准溶液(4.7)分别置于 3 个 500mL 锥形瓶中,各加 5g 硫酸铵(4.1),10mL 硫酸(4.4),以下按 5.3.2~5.3.4 条进行。平行标定所消耗的碘酸钾标准滴定溶液(4.8)

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施

体积的极差值不应超过 0.10mL,取其平均值。

随同标定做空白试验。

按公式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液(4.8)的实际浓度:

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times 0.05934} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——碘酸钾标准滴定溶液(4.8)的实际浓度, mol/L;

m ——锡的质量, g;

V_1 ——滴定锡消耗碘酸钾标准滴定溶液(4.8)的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液消耗碘酸钾标准滴定溶液(4.8)的体积, mL;

0.05934——与 1.00mL 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{6}KIO_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的锡的质量, g。

4.9 淀粉溶液(10g/L), 用时现配。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.000 0g 试样。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 150mL 烧杯中, 加入 10mL 硫酸(4.4)、5g 硫酸铵(4.1), 盖上表皿, 置于高温电炉上加热至完全分解, 继续加热冒烟至析出的硫磺消失后, 用 30mL 水移到 500mL 锥形瓶中。

5.3.2 加入 40mL 盐酸(4.5), 加水至约 100mL 体积。

5.3.3 加入 3g 氯化铵(4.2)、1.5g 铝片(4.3), 用盖氏漏斗将锥形瓶口塞紧, 向漏斗中加入约 1/3 体积的碳酸钠饱和溶液(4.6), 缓慢加热至铝片溶解, 煮沸至溶液清亮并冒大气泡, 取下以流水冷却至室温。(在冷却过程中, 盖氏漏斗应保持有碳酸氢钠饱和溶液, 避免空气倒吸)。

5.3.4 取下盖氏漏斗, 立即将其中的碳酸氢钠饱和溶液顺瓶壁小心倒入瓶中, 加入 5mL 淀粉溶液(4.9), 立即用碘酸钾标准滴定溶液(4.8)滴定至溶液呈蓝色为终点。

6 分析结果的计算与表述

按公式(2)计算锡的百分含量:

$$\text{Sn}(\%) = \frac{c(V_2 - V_3) \times 0.05934}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——碘酸钾标准滴定溶液(4.8)的实际浓度, mol/L;

V_2 ——滴定试验溶液时所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_3 ——滴定空白试验溶液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g;

0.05934——与 1.00mL 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{6}KIO_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的锡的质量, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

锡 含 量	允 许 差
0.50~1.00	0.06
>1.00~2.00	0.08
>2.00~3.00	0.12

第二篇 苯基荧光酮-聚乙二醇辛基醚分光光度法

8 主题内容与适用范围

本标准规定了锆中锡含量的测定方法。

本标准适用于锆中锡含量的测定。测定范围:0.0010%~0.045%。

9 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
 GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
 GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

10 方法原理

试料用硫酸-硫酸铵分解。在硫酸介质中,用苯萃取锡的碘化物。在酸性溶液中,锡与苯基荧光酮及聚乙二醇辛基苯基醚生成有色络合物,于分光光度计波长 505nm 处测量其吸光度。

11 试剂

- 11.1 硫酸铵。
 11.2 硫酸(ρ 1.84g/mL)。
 11.3 苯。
 11.4 硫酸(28+72)。
 11.5 硫酸(1+1)。
 11.6 硫酸(1+35)。
 11.7 碘化钾溶液(830g/L),优级纯,贮存于冷暗处。
 11.8 碘化钾-硫酸洗涤液:称取 40g 优级纯碘化钾溶于水中,加水至 300mL 体积,再加入 200mL 硫酸(4.5),搅拌均匀。用时现配。
 11.9 柠檬酸溶液(500g/L)。
 11.10 柠檬酸溶液(100g/L)。
 11.11 抗坏血酸溶液(50g/L),用时现配。
 11.12 草酸溶液(1g/L)。
 11.13 聚乙二醇辛基苯基醚(OP)溶液(1+19)。
 11.14 苯基荧光酮(苯芴酮)乙醇溶液(0.3g/L):称取 0.15g 苯基荧光酮,加入 250mL 无水乙醇、25mL 硫酸(1+6),搅拌使其溶解。过滤于 500mL 棕色容量瓶中,以无水乙醇稀释至刻度,混匀。
 11.15 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0g 金属锡(99.99%)于 100mL 烧杯中,加入 10mL 硫酸(11.2)加热至完全溶解,蒸发至冒烟,冷却,用 180mL 硫酸(11.5)将其移入 1 000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 锡。

11.16 锡标准溶液:移取 10.0mL 锡标准贮存溶液(11.15)于 200mL 容量瓶中,用硫酸(11.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 5 μ g 锡。

12 仪器

分光光度计。

13 分析步骤

13.1 试料

按表 2 称取试样,精确至 0.000 1g。

表 2

锡含量, %	试料, g
0.001~0.008	1.0000
>0.008~0.02	0.5000
>0.02~0.045	0.2000

13.2 空白试验

随同试料做空白试验。

13.3 测定

13.3.1 将试料(13.1)置于 100mL 烧杯中,加入 5g 硫酸铵(11.1)、10mL 硫酸(11.2),盖上表皿,加热至完全分解,冷却至室温,加入约 30mL 水溶解盐类,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

13.3.2 移取 10.0mL 试液于 100mL 分液漏斗中,加入 10mL 硫酸(11.5),混匀后加入 2mL 柠檬酸溶液(11.9)、2mL 碘化钾溶液(11.7),用水稀释至 30mL 体积,混匀,放置 10min。

13.3.3 加入 10mL 苯(11.3)萃取 3min,静置分层,弃去水相。加入 10mL 碘化钾-硫酸洗涤液(11.8)振荡 30s,静置分层,弃去水相。重复洗涤一次。于有机相中加入 20mL 水反萃取,振荡 2min,静置分层后水相放入 50mL 容量瓶中。

13.3.4 加入 5mL 柠檬酸溶液(11.10)、1mL 抗坏血酸溶液(11.11)、5mL 硫酸(11.4)、3mL 草酸溶液(11.12)。每加一种试剂均需混匀。加入 4mL 聚乙二醇辛基苯基醚溶液(11.13)、4mL 苯基荧光酮乙醇溶液(11.14),以水稀释至刻度,混匀,放置 10min。

13.3.5 将部分试液移入 2cm 吸收皿中,以空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 505nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的锡量。

13.4 工作曲线的绘制

13.4.1 移取 0, 0.20, 0.60, 1.00, 1.40, 2.00mL 锡标准溶液(11.16)分别置于一组 50mL 容量瓶中,以水稀释至约 20mL 体积,以下按 13.3.4 条进行。

13.4.2 将部分溶液移入 2cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 505nm 处测量其吸光度,以锡量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

14 分析结果的计算与表述

按下式计算锡的百分含量:

$$\text{Sn}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的锡量, μ g;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

15 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

%

锡 含 量	允 许 差
0.001 0~0.003 0	0.000 5
>0.003 0~0.007 0	0.001 0
>0.007 0~0.015 0	0.002 0
>0.015~0.025	0.004
>0.025~0.045	0.006

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人方法一倪家寿,方法二安宝兰。