



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.1—2017
代替 GB/T 13747.1—1992

锆及锆合金化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 1: Determination of tin content—Potassium iodate titration and
phenylfluorone-polyethylene glycoloctyl phenyl ether spectrophotometry

2017-09-29 发布

2018-04-01 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 13747《锆及锆合金化学分析方法》拟分为 27 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：钨量的测定 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 1 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 13747.1—1992《锆及锆合金化学分析方法 锡量的测定》。本部分与 GB/T 13747.1—1992 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 删除了“引用标准”(1992 年版的第 2 章)；
- 碘酸钾滴定法上限由 3.00% 扩至 4.00% (见第 1 章, 1992 年版的第 1 章)；
- 将允许差改为精密度条款 (见 2.6 和 3.7, 1992 年版的第 7 章和第 15 章)；
- 增加了试验报告 (见第 4 章)。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

GB/T 13747.1—2017

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:西部金属材料股份有限公司、宝钛集团有限公司、西北有色金属研究院、广东省工业分析检测中心、国标(北京)检验认证有限公司。

本部分主要起草人:杨军红、刘厚勇、石新层、刘婷、罗策、禄妮、董岐、徐思婷、麦丽碧、侯川、佟伶。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.1—1992。

锆及锆合金化学分析方法

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

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中锡量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中锡量的测定。碘酸钾滴定法测定范围:0.50%~4.00%;苯基荧光酮-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法测定范围 0.001 0%~0.045%。

2 方法一 碘酸钾滴定法

2.1 方法提要

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。

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 硫酸铵。

2.2.2 氟化铵。

2.2.3 铝片($w_{\text{Al}} \geq 99.5\%$)。

2.2.4 硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)。

2.2.5 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。

2.2.6 碳酸氢钠饱和溶液。

2.2.7 锡标准溶液:称取 1.000 0 g 金属锡($w_{\text{Sn}} \geq 99.95\%$)置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(1+1)低温加热溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锡。

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

2.2.8.1 配制:称取 1 g 氢氧化钠,10 g 碘化钾溶于 200 mL 水中,称取 0.713 3 g 碘酸钾溶解于该溶液中,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。(所用水需预先煮沸,冷却后使用。)

2.2.8.2 标定:移取 3 份 20.00 mL 锡标准溶液(2.2.7),分别置于 3 个 500 mL 锥形瓶中,各加入 5 g 硫酸铵(2.2.1),10 mL 硫酸(2.2.4),以下按 2.4.4.2~2.4.4.4 进行。平行标定所消耗的碘酸钾标准滴定溶液(2.2.8)体积的极差值不应超过 0.10 mL,取其平均值。

2.2.8.3 随同标定做空白试验。

按公式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液(2.2.8)对锡的滴定系数:

$$f = \frac{m_1}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

f ——碘酸钾标准滴定溶液(2.2.8)对锡的滴定系数,单位为克每毫升(g/mL);