



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.4—2020
代替 GB/T 13747.4—1992

锆及锆合金化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 4: Determination of chromium content—
Diphenylcarbazide spectrophotometry and
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2020-03-06 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局
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 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 4 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 13747.4—1992《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》。

本部分与 GB/T 13747.4—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”(见 1992 年版的第 2 章)；
- 增加了平行试验(见 2.5.2)；
- 铬含量为 0.002 0%~0.020%时分取后补加 1 mL 硫酸(1+4)(见 2.5.4.2, 1992 年版的 6.3.2)；
- 方法一工作曲线增加 0.50 $\mu\text{g/mL}$ (见 2.5.5.1, 1992 年版的 6.4.1)；
- 增加电感耦合等离子体原子发射光谱法(见第 3 章)；
- 增加了精密度(见 2.7 和 3.7)；

GB/T 13747.4—2020

——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。

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:西安汉唐分析检测有限公司、西部金属材料股份有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、广东省工业分析检测中心。

本部分主要起草人:刘雷雷、周恺、张丹莉、杨欣、刘厚勇、梁伟、李维敏、惠泊宁、左鸿毅、林韶阳、周志平、谢辉、王芳、王津。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.4—1992。

锆及锆合金化学分析方法

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

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中铬含量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中铬含量的测定。测定范围：0.002 0%~0.20%。方法二为仲裁分析方法。

2 方法一 二苯卡巴肼分光光度法

2.1 原理

试料以硫酸、硫酸铵溶解。用高锰酸钾氧化铬，在尿素存在下，过量的高锰酸钾用亚硝酸钠分离，铬与二苯卡巴肼生成红紫色络合物，于分光光度计波长 540 nm 处，测量其吸光度。

2.2 试剂

除另有说明，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 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

2.2.3 硫酸(1+4)。

2.2.4 高锰酸钾溶液(30 g/L)。

2.2.5 尿素溶液(100 g/L)。

2.2.6 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。

2.2.7 二苯卡巴肼乙醇溶液：称取 0.50 g 二苯卡巴肼溶解于 100 mL 乙醇中，贮存于棕色瓶中(一周内有效)。

2.2.8 铬标准贮存溶液：称取 0.282 9 g 预先在 105 °C 烘干 2 h 的重铬酸钾(基准试剂)，用水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铬。

2.2.9 铬标准溶液：移取 10.00 mL 铬标准贮存溶液(2.2.8)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铬。

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。

2.5 试验步骤

2.5.1 试料

按表 1 称取样品(2.4)，精确至 0.000 1 g。