

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

××××-××-××实施

××××-××-××发布

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 spectrophotometric method

 and Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（讨论稿）

（征求意见稿）

GB/T 13747.2—20XX

代替GB/T 13747.2-1992

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

H 63

1. 前 言

GB/T 13747《锆及锆合金化学分析方法》分为24部分：

-------第1部分

-------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

………

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 第2部分 铁量的测定》。

本部分与GB/T 13747.2-1992相比主要变化如下：

——测定范围从0.010%~0.250%扩大到0.010%~0.40%；

——对称样量进行了调整；

——试液的酸度调节作了部分调整；

——铁的显色从室温调整为70℃～80℃水浴中加热15min；

——增加了重复性及再现性试验；

——新增电感耦合等离子体原子发射光谱法，测定范围为0.010%~0.40%。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本部分起草单位：广东省工业分析检测中心、西北有色金属研究院、西部材料股份有限公司、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、金堆城钼业股份有限公司。

 本部分起草人员：

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

本部分规定了锆及锆合金中铁量的测定方法。

本部分适用于锆及锆合金中铁量的测定。测定范围：0.010%～0.40%。

2 方法1（仲裁法） 1，10-二氮杂菲分光光度法

**2.1 方法提要**

试料用硫酸-硫酸铵分解，用柠檬酸络合锆，以盐酸羟胺将铁（Ⅲ）还原为（Ⅱ）。在pH6左右，二价铁与1,10-二氮杂菲生成红色络合物，于分光光度计波长510nm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（ρ1.84g/mL）。

2.2.3 盐酸羟胺溶液（100g/L）。

2.2.4 柠檬酸溶液（500 g/L）。

2.2.5 乙酸-乙酸铵缓冲溶液：称取500g乙酸铵用水溶解，加入20mL冰乙酸，用水稀释至1000mL，混匀。

2.2.6 氨水（1+1）。

2.2.7 1，10-二氮杂菲溶液（5g/L）：称取5g 1,10-二氮杂菲溶解于20mL无水乙醇中，以水稀释至100mL，混匀，贮存于棕色瓶中。

2.2.8 铁标准贮存溶液:称取1.000g金属铁[*w*Fe>99.99%],置于200mL烧杯中，加入30mL盐酸（1+1），低温加热至完全分解，冷却，移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铁。

2.2.9 铁标准溶液:移取10.00mL铁标准溶液（1.1.2.8）于100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100µg铁。

**2.3 仪器**

 分光光度计

**2.4 试样**

金属锆及锆合金试样加工成屑状。

**2.5 分析步骤**

2.5.1 试料

按表1称取试样，精确至0.0001g。

表１ 试料量

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 铁的质量分数/% | 试料量/g | 试液总体积/mL | 分取试液体积/mL |
| 0.010～0.10 | 1.000 | 100 | 20 |
| ＞0.10～0.40 | 0.500 | 100 | 10 |

2.5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

2.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

2.5.4 测定

2.5.4.1 将试料（2.5.1）置于150mL烧杯中，加10mL 硫酸（2.2.2），5g硫酸铵（2.2.1），盖上表皿，在高温电炉上加热分解，继续加热至析出的硫磺消失，冷却，移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。按表1分取部分试液于100mL容量瓶中。

2.5.4.2 加入5 mL柠檬酸溶液（2.2.4）、5mL盐酸羟胺溶液（2.2.3），放置10 min，投入一小块刚果红试纸，用氨水（2.2.6）中和至刚果红试纸由蓝色恰变为紫色。

2.5.4.3 加入3mL乙酸-乙酸铵缓冲溶液(2.2.5 )，5mL1，10-二氮杂菲溶液（2.2.7），置于70℃～80℃水浴中加热15min，取下，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

2.5.4.4 移取部分待测试液（2.5.4.3）于2cm比色皿中，以空白溶液为参比，于分光光度计波长510nm处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的铁量。

2.5.5 工作曲线的绘制

2.5.5.1 移取0，0.20mL，0.50mL，1.00mL， 1.50mL，2.00mL，2.50mL铁标准溶液（2.2.9），分别置于一组100mL容量瓶中，各加分取试液体积的空白试验溶液，以下按2.5.4.2~2.5.4.3进行。

2.5.5.2 移取部分待测试液（2.5.5.1）于2cm比色皿中，以试剂空白溶液为参比，于分光光度计波长510nm处测量其吸光度，以铁量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

2.6 分析结果的计算

铁含量以铁的质量分数*w*Fe计，数值以%表示，按式（1）计算： $ $

$W\_{(Fe)}=\frac{m\_{1}∙V\_{0}×10^{-6}}{m\_{0}∙V\_{1}}×100$ ……………………（1）

式中：*m*1——自工作曲线上查得的铁量，单位为微克（μg）；

*V0*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V1*——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*m*0——试料的质量，单位为克（g）。

所得结果保留至小数点后两位有效数字。

2.7 精密度

2.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法求得。

表2 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *wFe*/% | 0.0464 | 0.268 | 0.364 |
| *r*/% |  |  |  |

2.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法求得。

表3 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *wFe*//% | 0.0464 | 0.268 | 0.364 |
| *R*/% |  |  |  |

3 方法2 电感耦合等离子体原子发射光谱法

3.1 方法提要

硝酸和氢氟酸溶解试料。用电感耦合等离子体原子发射光谱法进行测定，按工作曲线法计算铁的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

3.2 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。

3.2.1氢氟酸（*ρ* 1.15g/mL）。

3.2.2 硝酸（*ρ* 1.42 g/mL）。

3.2.3 铁标准贮存溶液：称取1.0000g金属铁(*w*Fe>99.95)于250mL烧杯中，加入20mL硝酸（1+1）溶解，冷却。移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铁。

3.2.4 铁标准溶液：移取10.00mL铁标准贮存溶液（3.2.3），置于100mL容量瓶中，加2mL硝酸（1+1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg铁.

3.2.5 金属锆（*w*Zr>99.9%，*w*Fe <0.001%）。

3.2.6 氩气（>99.99%）。

3.3 仪器

 电感耦合等离子体发射光谱仪：具备耐氢氟酸雾化器系统，分辨率小于0.006nm(200nm处)。

3.4 试样

金属锆及锆合金试样加工成屑状。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

称取0.20g试样（3.4），精确至0.0001g。

3.5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

3.5.3 空白试验

称取0.200g纯锆（3.2.5），随同做试料做空白试验。

3.5.4 分析试液的制备

将试料（3.5.1）置于150mL聚乙烯烧杯中，加入10mL~15mL水，2mL氢氟酸（3.2.1）溶解，待反应停止后加入2mL硝酸（3.2.2），至试样溶解完全，冷却，移入100mL聚乙烯容量瓶中，定容混匀。

3.5.5 工作曲线溶液的配制

分别称取0.200g纯锆（3.2.5）于一组150mL聚乙烯烧杯中，按照3.5.4步骤将其溶解，冷却后分别移入100mL聚乙烯容量瓶中，分别加入铁标准溶液（3.2.4）0mL、0.20mL、0.50mL、2.00mL、5.00mL，10.00mL，用水稀释至刻度，混匀。

3.5.6 测定

在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量试液（3.5.4）及随同试料空白溶液（3.5.3）中待测元素的发射强度，从工作曲线上查得待测元素的质量浓度。

3.6 分析结果的计算

铁含量以铁的质量分数wFe计，按公式（2）计算：

%……………………（2）

式中：

*ρ*1——试样溶液的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*0——空白溶液的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

3.7 精密度

3.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表4数据采用线性内插法或外延法求得：

表4 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *wFe*/% | 0.0461 | 0.268 | 0.364 |
| *r*/% |  |  |  |

3.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表5数据采用线性内插法或外延法求得：

表5 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *wFe*/% | 0.0461 | 0.268 | 0.364 |
| *R*/% |  |  |  |

4 试验报告

——试样；

——使用的标准（包括发布或出版年号）；

——使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。