



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.18—2022

代替 GB/T 13747.18—1992

## 锆及锆合金化学分析方法 第 18 部分：钒含量的测定 苯甲酰苯基羟胺分光光度法和 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 18: Determination of vanadium content—  
N-benzoyl-N-phenyl hydroxylamine spectrophotometry and  
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2022-10-12 发布

2023-02-01 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

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 13747《锆及锆合金化学分析方法》的第 18 部分。GB/T 13747 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法和苯基荧光铜-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 二苯卡巴肟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：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 10 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 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：钒含量的测定 苯甲酰苯基羟胺分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 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：铪量的测定 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；
- 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法测定氮量；
- 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 27 部分：痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件代替 GB/T 13747.18—1992《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》，与 GB/T 13747.18—1992 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 测定方法由“苯甲酰苯基羟胺分光光度法”更改为“苯甲酰苯基羟胺分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法”(见第 1 章,1992 年版的第 1 章)；
- b) 更改了试剂的要求及符合相关标准的要求(见 4.2,1992 年版的第 4 章)；
- c) 增加了“方法二 电感耦合等离子体原子发射光谱法”，测定范围为 0.005%~0.020%(见第 5 章)；

- d) 增加了样品的要求(见 4.4、5.4)；
- e) 更改了“允许差”为“精密度”(见 4.7、5.7,1992 年版的第 8 章)；
- f) 增加了试验报告(见第 6 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本文件起草单位:西安汉唐分析检测有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、赣州有色冶金研究所有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、国核锆铀理化检测有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、宁夏东方钽业股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司、国合通用(青岛)测试评价有限公司、宝钛集团有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司。

本文件主要起草人:赵欢娟、李佗、李维敏、李娟、谢玲君、栗生辰、王杰、熊晓燕、张俊峰、辛雯静、刘含笑、王颖、黄双、罗盈盈、胡梦桥、刘标、谢明明。

本文件于 1992 年首次发布,本次为第一次修订。

## 引 言

锆及锆合金由于具有优异的耐蚀性能、适中的力学性能、较低的热中子吸收截面等优点,广泛应用于核电、航空航天、化工、轻工、电力、制药、纺织、机械和石油化工等领域。

GB/T 13747 旨在确立锆及锆合金产品的化学分析方法,拟由 27 个部分组成。

- 第 1 部分:锡量的测定 碘酸钾滴定法和苯基荧光铜-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法。目的在于确立锡含量的测定方法。
- 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。目的在于确立铁含量的测定方法。
- 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。目的在于确立镍含量的测定方法。
- 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。目的在于确立铬含量的测定方法。
- 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。目的在于确立铝含量的测定方法。
- 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。目的在于确立铜含量的测定方法。
- 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。目的在于确立锰含量的测定方法。
- 第 8 部分:钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法。目的在于确立钴含量的测定方法。
- 第 9 部分:镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立镁含量的测定方法。
- 第 10 部分:钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钨含量的测定方法。
- 第 11 部分:钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。目的在于确立钼含量的测定方法。
- 第 12 部分:硅量的测定 钼蓝分光光度法。目的在于确立硅含量的测定方法。
- 第 13 部分:铅量的测定 极谱法。目的在于确立铅含量的测定方法。
- 第 14 部分:铀量的测定 极谱法。目的在于确立铀含量的测定方法。
- 第 15 部分:硼量的测定 姜黄素分光光度法。目的在于确立硼含量的测定方法。
- 第 16 部分:氯量的测定 氯化银浊度法和离子选择性电极法。目的在于确立氯含量的测定方法。
- 第 17 部分:镉量的测定 极谱法。目的在于确立镉含量的测定方法。
- 第 18 部分:钒含量的测定 苯甲酰苯基羟胺分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钒含量的测定方法。
- 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。目的在于确立钛含量的测定方法。
- 第 20 部分:铪量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立铪含量的测定方法。
- 第 21 部分:氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法。目的在于确立氢含量的测定方法。
- 第 22 部分:氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法。目的在于确立氧含量和氮含量

量的测定方法。

- 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法测定氮量。目的在于确立氮含量的测定方法。
- 第 24 部分:碳量的测定 高频燃烧红外吸收法。目的在于确立碳含量的测定方法。
- 第 25 部分:铌量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立铌含量的测定方法。
- 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。目的在于确立合金及杂质元素含量的测定方法。
- 第 27 部分:痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立痕量杂质元素含量的测定方法。

本文件的制定为锆及锆合金上下游产业链中的各类生产研发企业、使用企业及检测机构提供了统一且切实可行的分析检测方法,对提高锆及锆合金产品质量、扩大应用领域和开拓产品市场具有重要意义。

# 锆及锆合金化学分析方法

## 第 18 部分：钒含量的测定

### 苯甲酰苯基羟胺分光光度法和 电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

#### 1 范围

本文件规定了测定锆及锆合金中钒含量的苯甲酰苯基羟胺分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件适用于海绵锆、锆及锆合金中钒含量的测定。方法一适用于钒含量的测定范围为 0.002%~0.020%；方法二适用于钒含量的测定范围为 0.005%~0.020%。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 方法一：苯甲酰苯基羟胺分光光度法

##### 4.1 原理

试料以硝酸-氢氟酸混合酸溶解，硼酸络合过量的氢氟酸，在硫酸介质中，用高锰酸钾将四价钒( $V^{4+}$ )氧化为五价钒( $V^{5+}$ )，磷酸络合基体锆。在盐酸介质中，用三氯甲烷萃取苯甲酰苯基羟胺与  $V^{5+}$  生成的红色络合物，于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度。

##### 4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

- 4.2.1 水，GB/T 6682，二级。
- 4.2.2 氢氟酸( $\rho=1.13$  g/mL)。
- 4.2.3 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。