



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.6—2019
代替 GB/T 13747.6—1992

锆及锆合金化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 6: Determination of copper content—
2,9-Dimethyl-1,10-phenanthroline spectrophotometry

2019-06-04 发布

2020-01-01 实施

国家市场监督管理总局
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》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 6 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 13747.6—1992《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》。本部分与 GB/T 13747.6—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)；
- 修改了试料称样量的范围(见第 6 章,1992 年版的 6.1)；
- 将允许差改为精密度(见第 8 章,见 1992 年版的第 8 章)；
- 增加了试验报告条款(见第 9 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。

GB/T 13747.6—2019

本部分起草单位：西部金属材料股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、西北有色金属研究院、
国标(北京)检验认证有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、广东省工业分析检测中心。

本部分主要起草人：张斌、杨军红、周金芝、魏东、禄妮、周恺、王长华、张众、谢辉、张婷。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13747.6—1992。

锆及锆合金化学分析方法

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

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中铜含量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中铜含量的测定。测定范围:0.001 0%~0.025%。

2 原理

试料用氢氟酸溶解,用酒石酸络合锆,以盐酸羟胺将铜还原成亚铜离子状态,在 pH 为 4~6 时,用三氯甲烷萃取铜与 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲形成的有色络合物,于分光光度计波长 460 nm 处,测量其吸光度。

3 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。

3.1 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL,优级纯)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL,优级纯)。

3.3 三氯甲烷。

3.4 无水乙醇。

3.5 氨水(1+1)。

3.6 硼酸饱和溶液。

3.7 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.8 盐酸羟胺溶液(200 g/L)。

3.9 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲(新铜试剂)乙醇溶液:称取 0.5 g 新铜试剂溶解定容于 500 mL 无水乙醇中。

3.10 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铜($w_{\text{Cu}}\geq 99.99\%$),置于 200 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(1+1),加热溶解并蒸发至近干,加入 5 mL 硫酸(1+1),蒸发至冒白烟,冷却后加水煮沸至盐类溶解,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铜。

3.11 铜标准溶液:移取 50.00 mL 铜标准贮存溶液(3.10)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铜。

4 仪器设备

分光光度计。

5 样品

5.1 取样

海绵锆、锆及锆合金的取样应按照已颁布的相应标准进行。