



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.5—2019
代替 GB/T 13747.5—1992

锆及锆合金化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 5: Determination of aluminium content—
Chronic azurol-S-tetradrcylpyridine chloride spectrophotometry

2019-06-04 发布

2020-05-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铝及铝合金化学分析方法
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
GB/T 13747.5—2019

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址：www.spc.org.cn

服务热线：400-168-0010

2019 年 6 月第一版

*

书号：155066·1-62724

版权专有 侵权必究

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 5 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 13747.5—1992《锆及锆合金化学分析方法 铬天青 S 分光光度法测定铝量》。

本部分与 GB/T 13747.5—1992 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了测定范围，由“0.002 5%~0.035%”扩大为“0.002 5%~0.10%”(见第 1 章，1992 年版的第 1 章)；
- 删除了“引用标准”(见 1992 年版的第 2 章)；
- 测定方法由“铬天青 S 分光光度法”改为“铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法”；
- 将允许差改为精密度条款(见第 8 章，1992 年版的第 8 章)；
- 增加了试验报告条款(见第 9 章)。

GB/T 13747.5—2019

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

本部分主要起草人:刘厚勇、杨军红、李娟、赵飞、黄葡英、李玉红、杨欣、墨淑敏、王长华、刘婷。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.5—1992。

锆及锆合金化学分析方法

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

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中铝含量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中铝含量的测定。测定范围：0.002 5%~0.10%。

2 原理

试料用硫酸、硫酸铵溶解，用 N-苯甲酰-N-苯基羟胺三氯甲烷溶液萃取分离主体元素锆及铪、铁、钛等干扰元素。分离后，残留的铁用邻菲罗啉、抗坏血酸掩蔽。在 pH 5.8 的乙酸-乙酸钠介质中，铝与铬天青 S-氯化十四烷基吡啶形成有色络合物，于分光光度计波长 630 nm 处，测量其吸光度。若试样中含有少量铀、钍，可在显色时加入碳酸钠溶液消除影响。

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 硫酸铵(优级纯)。

3.2 硫酸($\rho=1.84$ g/mL, 优级纯)。

3.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL, 优级纯)。

3.4 盐酸($\rho=1.19$ g/mL, 优级纯)。

3.5 三氯甲烷。

3.6 盐酸(1+19)。

3.7 氨水(1+1)。

3.8 铬天青 S(0.3 g/L)-氯化十四烷基吡啶(2 g/L)溶液：称取 0.3 g 铬天青 S 和 2 g 氯化十四烷基吡啶，分别溶于少量水中，然后合并，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

3.9 邻菲罗啉溶液(10 g/L)：称取 5 g 邻菲罗啉，加入 20 mL 无水乙醇溶解，用水稀释至 500 mL，混匀。

3.10 抗坏血酸溶液(10 g/L)：用时现配。

3.11 2,4-二硝基酚溶液(1 g/L)：称取 0.1 g 2,4-二硝基酚溶于 100 mL 乙醇中。

3.12 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 5.8)：称取 90.2 g 无水乙酸钠，溶于水中，加入 6 mL 冰乙酸，用水移入 1 000 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。

3.13 N-苯甲酰-N-苯基羟胺三氯甲烷溶液(25 g/L)：称取 12.5 g N-苯甲酰-N-苯基羟胺至烧杯中，加入三氯甲烷(3.5)溶解，移入 500 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。

3.14 铝标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属铝($w_{Al}\geq 99.99\%$)，置于聚乙烯烧杯中，加入 20 mL 水、3 g 氢氧化钠，待其完全溶解后，用盐酸(3.4)慢慢中和至出现沉淀，并过量 20 mL，不断搅拌使其溶解。冷却后用水移入 1 000 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。