



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.8—2017
代替 GB/T 13747.8—1992

锆及锆合金化学分析方法 第 8 部分：钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 8: Determination of cobalt content—
Nitroso-R-salt spectrophotometry

2017-09-29 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铝及铝合金化学分析方法
第 8 部分：钴量的测定
亚硝基 R 盐分光光度法
GB/T 13747.8—2017

*

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

2017 年 10 月第一版

*

书号: 155066 · 1-57713

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 13747《锆及锆合金化学分析方法》拟分为 27 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 8 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 13747.8—1992《锆及锆合金化学分析方法 亚硝基 R 盐分光光度法测定钴量》。

本部分与 GB/T 13747.8—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”(1992 年版的第 2 章)；
- 增加了试样条款(见第 5 章)；
- 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)。

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 13747.8—2017

本部分起草单位：西部金属材料股份有限公司、西北有色金属研究院、宝钛集团有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、广东省工业分析检测中心。

本部分主要起草人：张斌、翟通德、魏东、禄妮、周恺、苗磊、罗策、墨淑敏、王长华、张小琴、熊晓燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13747.8—1992。

锆及锆合金化学分析方法

第 8 部分: 钴量的测定

亚硝基 R 盐分光光度法

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中钴量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中钴含量的测定。测定范围: 0.000 5%~0.005 0%。

2 方法提要

试料用氢氟酸和硝酸溶解。在柠檬酸存在下, pH 8 左右, 以 α -亚硝基- β -萘酚与三氯甲烷萃取钴。在乙酸钠介质中钴与亚硝基 R 盐生成红色络合物, 于分光光度计波长 520 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 金属锆 ($w_{Zr} \geq 99.95\%$, $w_{Co} < 0.000 1\%$)。

3.2 氢氟酸 ($\rho = 1.15$ g/mL)。

3.3 硝酸 ($\rho = 1.42$ g/mL)。

3.4 硫酸 ($\rho = 1.84$ g/mL)。

3.5 氨水 ($\rho = 0.90$ g/mL)。

3.6 三氯甲烷。

3.7 盐酸(1+1)。

3.8 硝酸(1+1)。

3.9 氨水(1+1)。

3.10 柠檬酸铵溶液: 称取 50 g 柠檬酸铵溶解于 100 mL 水中, 加入 70 mL 氨水(3.5)。

3.11 混合酸: 于 100 mL 容量瓶中加入 10 mL 盐酸(3.7)、1 mL 硝酸(3.8), 用水稀释至刻度, 混匀。

3.12 乙酸钠溶液: 称取 50 g 乙酸钠($\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶解于 100 mL 水中。

3.13 亚硝基 R 盐溶液(2 g/L): 称取 0.2 g 亚硝基 R 盐溶解于 100 mL 水中。

3.14 α -亚硝基- β -萘酚溶液(2 g/L): 称取 0.2 g α -亚硝基- β -萘酚溶解于 5 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L)中, 过滤不溶物, 用水稀释至 100 mL。

3.15 钴标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属钴于 150 mL 烧杯中, 用 25 mL 水和 10 mL 硝酸(3.3)溶解, 冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钴。

3.16 钴标准溶液: 移取 25.0 mL 钴标准贮存溶液(3.15)于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 钴。