



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.25—2017

锆及锆合金化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 25: Determination of niobium content—
2-(5-bromo-2-pyridylazo)-5-diethylam inophenol spectrophotometry and
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

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
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 13747《铅及铅合金化学分析方法》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 25 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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、西北有色金属研究院、国标(北京)检验认证有限公司、宝钛集团有限公司、广东省工业分析检测中心、西部新铅核材料科技有限公司。

本部分主要起草人：李佗、杨军红、李娟、杨平平、禄妮、李甜、侯川、雷小燕、白焕焕、张天姣、王津、惠泊宁。

锆及锆合金化学分析方法

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

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中铌含量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中铌含量的测定。方法一测定范围: 0.20%~3.00%; 方法二测定范围: 0.050%~3.00%。方法二为仲裁分析方法。

2 方法一 5-Br-PADAP 分光光度法

2.1 方法提要

试料用硫酸、硫酸铵溶解, 在酒石酸和 EDTA 的存在下, 在酸性介质中铌与 5-Br-PADAP 生成有色络合物, 于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度。

2.2 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室二级水。

2.2.1 硫酸铵。

2.2.2 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

2.2.3 酒石酸溶液(240 g/L)。

2.2.4 酒石酸溶液(60 g/L)。

2.2.5 氨水(1+1)。

2.2.6 硫酸(1+19)。

2.2.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(20 g/L)。

2.2.8 5-Br-PADAP[2-(5-Br-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚]乙醇溶液(0.3 g/L)。

2.2.9 锆基体溶液: 称取 0.10 g 金属锆($w_{Zr} \geq 99.95\%$)于 100 mL 烧杯中, 加入 1.0 g 硫酸铵(2.2.1), 2.0 mL 硫酸(2.2.2), 加热溶解, 冷却后, 移入 200 mL 容量瓶中, 冷却至室温, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 锆。

2.2.10 铌标准贮存溶液: 称取 0.715 3 g 五氧化二铌($w_{Nb2O5} \geq 99.95\%$)于铂坩埚中, 加入 10 g 焦硫酸钾, 于喷灯上加热熔融至溶解完全, 冷却, 用热的酒石酸溶液(100 g/L)浸出熔块, 置于 500 mL 烧杯中, 在不断搅拌下加热使溶液澄清, 冷却, 移入 500 mL 容量瓶中, 以酒石酸溶液(100 g/L)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铌。

2.2.11 铌标准溶液: 移取 10.00 mL 铌标准贮存溶液(2.2.10)于 1 000 mL 容量瓶中, 以酒石酸溶液(2.2.4)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铌。

2.2.12 对硝基酚溶液(1 g/L)。