



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.11—92

锆及锆合金化学分析方法 硫氰酸盐分光光度法测定钼量

Zirconium and zirconium alloys
—Determination of molybdenum content
—Thiocyanate spectrophotometric method

1992-11-05 发布

1993-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 硫氰酸盐分光光度法测定钼量

GB/T 13747.11-92

Zirconium and zirconium alloys
—Determination of molybdenum content
—Thiocyanate spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中钼含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中钼含量的测定。测定范围:0.0025%~0.025%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料用硫酸-硫酸铵分解,在硫酸介质中,铁(Ⅲ)存在下,以二氯化锡还原钼到五价,与硫氰酸盐生成橙红色络合物。经乙酸乙酯萃取后,于分光光度计波长 470nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 硫酸铵。

4.2 硫酸(ρ 1.84g/mL)。

4.3 乙酸乙酯。

4.4 硫酸(1+4)。

4.5 硫酸铁铵溶液(5g/L)。

4.6 硫氰酸钾溶液(50g/L)。

4.7 二氯化锡溶液(100g/L):称取 50g 二氯化锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 50mL 盐酸(ρ 1.19g/mL)中,加水稀释至 500mL,混匀。

4.8 钼标准贮存溶液:称取 0.500 0g 金属钼,置于 400mL 烧杯中,加入 50mL 硫酸(1+1),在加热情况下,滴加硝酸(ρ 1.42g/mL)溶解,继续加热至冒硫酸烟。冷却,加入 20mL 水,加热使盐类溶解。移入 500mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 1mg 钼。

4.9 钼标准溶液:移取 10.0mL 钼标准贮存溶液(4.8),于 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 10 μ g 钼。

5 仪器

分光光度计。

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施