



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.11—2017
代替 GB/T 13747.11—1992

锆及锆合金化学分析方法 第 11 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 11: Determination of molybdenum content—
Thiocyanate 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
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》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 11 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 13747.11—1992《锆及锆合金化学分析方法 硫氰酸盐分光光度法测定钼量》。

本部分与 GB/T 13747.11—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 13747.11—2017

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

本部分起草人：李佗、杨军红、石新层、白焕焕、刘婷、王金磊、罗琳、张永进、熊晓燕、王长华、墨淑敏。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13747.11—1992。

锆及锆合金化学分析方法

第 11 部分: 钼量的测定

硫氰酸盐分光光度法

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中钼量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中钼量的测定。测定范围: 0.002 5%~0.025%。

2 方法提要

试料以硫酸-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, 于分光光度计波长 470 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优级纯的试剂和实验室二级水。

3.1 硫酸铵, 分析纯。

3.2 硫酸($\rho=1.84/\text{mL}$), 分析纯。

3.3 硫酸(1+4)。

3.4 硫酸铁铵(5 g/L)。

3.5 硫氰酸钾(50 g/L)。

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

3.7 乙酸乙酯, 分析纯。

3.8 钼标准贮存溶液: 称取 0.500 0 g 金属钼($w_{\text{Mo}} \geq 99.9\%$), 置于 400 mL 烧杯中, 加入 50 mL 硫酸(1+1), 在加热情况下, 滴加硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)溶解, 继续加热至冒硫酸烟。冷却, 加入 20 mL 水, 加热使盐类溶解。移入 500 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钼。

3.9 钼标准溶液: 移取 10.00 mL 钼标准贮存溶液(3.8), 于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 钼。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

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方法进行。