



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.3—2020
代替 GB/T 13747.3—1992

锆及锆合金化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 3: Determination of nickel content—
Dimethylglyoxime spectrophotometry and
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2020-03-06 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局
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 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 3 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 13747.3—1992《锆及锆合金化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量》，与 GB/T 13747.3—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”(见 1992 年版的第 2 章)；
- 将氢氟酸的浓度由“(1+1)”改为“($\rho=1.14\text{ g/mL}$)”(见 2.2.2, 1992 年版的 4.1)；
- 将小于 2 g 试样溶解酸体积由 5 mL 改为 2.5 mL (见表 1, 1992 年版的 6.3.1)；
- 增加“方法二 电感耦合等离子体原子发射光谱法”，测定范围为 0.010%~0.40%(见第 3 章)；
- 增加了试验报告条款(见第 4 章)；
- 将允许差改为精密度条款(见第 8 章, 1992 年版的第 8 章)。

GB/T 13747.3—2020

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:西安汉唐分析检测有限公司、广东省工业分析检测中心、西部金属材料股份有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、宝钛集团有限公司、北矿检测技术有限公司、国核锆铀理化检测有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司。

本部分主要起草人:杨平平、周恺、孙宝莲、李波、熊晓燕、刘标、赵欢娟、任洁、李帆、惠泊宁、李震乾、冯振华、祁玉静、王杰、林叶、郭燕瑶、张煦、刘丽媛。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.3—1992。

锆及锆合金化学分析方法

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

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中镍含量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中镍含量的测定。测定范围：方法一测定范围：0.002%～0.15%；方法二测定范围：0.010%～0.40%。测定范围重叠时，方法二为仲裁分析方法。

2 方法一 丁二酮肟分光光度法

2.1 原理

试料用氢氟酸溶解，用硼酸饱和溶液络合过量的氢氟酸，柠檬酸络合主体锆，以碘为氧化剂，在氨性溶液中，镍与丁二酮肟生成红色络合物，于分光光度计波长 540 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分析纯的试剂和实验室二级水。

2.2.1 硝酸(1+1)。

2.2.2 氢氟酸($\rho=1.13$ g/mL)。

2.2.3 硼酸饱和溶液。

2.2.4 柠檬酸溶液(200 g/L)。

2.2.5 氨水(1+1)。

2.2.6 碘溶液：称取 1.3 g 碘、5 g 碘化钾于 500 mL 烧杯中，用水溶解并稀释至 500 mL，贮存于棕色瓶中。

2.2.7 丁二酮肟-乙醇溶液(2 g/L)：称取 1.0 g 丁二酮肟溶解于 500 mL 乙醇中。

2.2.8 镍标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属镍($w_{\text{Ni}}\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(2.2.1)，加热溶解，加入 10 mL 硫酸(1+1)，加热至冒硫酸烟，冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

2.2.9 镍标准溶液：移取 50.00 mL 镍标准贮存溶液(2.2.8)于 1 000 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 镍。

2.3 仪器

分光光度计。

2.4 样品

将样品加工成长度不大于 5 mm 的碎屑。