



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.7—2019
代替 GB/T 13747.7—1992

锆及锆合金化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 7: Determination of manganese content—
Potassium periodate spectrometry and
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2019-12-31 发布

2020-11-01 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 7 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 13747.7—1992《锆及锆合金化学分析方法 高碘酸盐分光光度法测定锰量》。

本部分与 GB/T 13747.7—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)；
- 增加了样品条款(见 2.4 和 3.4)；
- 增加了平行试验条款(见 2.5.2)；
- 将允许差改为精密度条款(见 2.7 和 3.7, 1992 年版的第 8 章)；
- 增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法，测定范围为 0.005 0%~0.40%(见第 3 章)；
- 增加了试验报告条款(见第 4 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。

本部分起草单位:西安汉唐分析检测有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、金堆城铝业股份有限公司、广东省工业分析检测中心、国标(北京)检验认证有限公司、西部金属材料股份有限公司、北矿检测技术有限公司、国核锆铀理化检测有限公司。

本部分主要起草人:禄妮、朱丽、马晓敏、杨平平、惠泊宁、李维敏、任洁、谢明明、柴玉青、黄葡英、李玉红、熊晓燕、王津、张煦、李满芝、赵欢娟、张晨、许莹。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.7—1992。

锆及锆合金化学分析方法

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

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中锰含量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中锰含量的测定。方法一测定范围:0.001 0%~0.010%;方法二测定范围:0.005 0%~0.40%。测定范围重叠时,方法二为仲裁方法。

2 方法一 高碘酸钾分光光度法

2.1 原理

试料用硫酸、硫酸铵溶解,在硫酸介质中,用高碘酸钾将 Mn^{2+} 氧化到 Mn^{4+} ,于分光光度计波长 530 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 高碘酸钾。

2.2.2 硫酸铵。

2.2.3 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

2.2.4 亚硝酸钠溶液(2 g/L)。用时现配。

2.2.5 锰标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锰($w_{\text{Mn}}\geq 99.95\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 水、10 mL 硫酸(2.2.3),加热溶解,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 100 μg 锰。

2.2.6 锰标准溶液:移取 10.00 mL 锰标准贮存溶液(2.2.5)于 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 锰。

2.3 仪器

分光光度计。

2.4 样品

将试样加工成长度不大于 5 mm 的碎屑。

2.5 试验步骤

2.5.1 试料

按表 1 称取样品(2.4),精确至 0.000 1 g。