



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.19—2017
代替 GB/T 13747.19—1992

锆及锆合金化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 19: Determination of titanium content—
Diantipyrylmethane spectrophotometry and the 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《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 19 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 13747.19—1992《锆及锆合金化学分析方法 二安替比林甲烷分光光度法测定钛量》。本部分与 GB/T 13747.19—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)；
- 增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法(见第 3 章)；
- 增加了试样条款(见 2.4 和 3.4)；
- 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。

GB/T 13747.19—2017

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、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、西部新锆核材料科技有限公司。

本部分主要起草人:刘厚勇、杨军红、李海燕、白焕焕、康琼、李剑、禄妮、刘雷雷、麦丽碧、唐维学、熊晓燕、惠泊宁。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.19—1992。

锆及锆合金化学分析方法

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

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中钛含量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中钛含量的测定。方法一测定范围: 0.002 0%~0.025%; 方法二测定范围为 0.005 0%~0.20%。测定方法交叉时, 方法二为仲裁分析方法。

2 方法一 二安替比林甲烷分光光度法

2.1 方法提要

试料用硫酸-硫酸铵分解, 用草酸掩蔽锆、抗坏血酸掩蔽铁, 在盐酸和硫酸介质中, 钛与二安替比林甲烷生成黄色络合物, 于分光光度计波长 430 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 硫酸铵。

2.2.2 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

2.2.3 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

2.2.4 过氧化氢(30%, 市售)。

2.2.5 硫酸(1+1)。

2.2.6 硫酸(1+19)。

2.2.7 盐酸(1+11)。

2.2.8 草酸溶液(100 g/L)。

2.2.9 抗坏血酸溶液(100 g/L), 用时现配。

2.2.10 二安替比林甲烷溶液(100 g/L): 称取 10 g 二安替比林甲烷溶于 100 mL 盐酸(2.2.7)中。

2.2.11 钛标准贮存溶液: 称取 1.000 0 g 金属钛($w_{Ti} \geq 99.95\%$), 用 50 mL 硫酸(2.2.5)加热溶解, 滴加过氧化氢(2.2.4)氧化至无色, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用硫酸(2.2.6)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钛。

2.2.12 钛标准溶液: 移取 10.00 mL 钛标准贮存溶液(2.2.11)于 1 000 mL 容量瓶中, 用硫酸(2.2.6)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 钛。

2.3 仪器

分光光度计。