

钢铁及合金化学分析方法  
对溴苦杏仁酸沉淀分离-偶  
氮胍Ⅲ吸光光度法测定锆量

UDC 669.14/.15  
:543.42  
:546.831  
GB 223.30-84

001540

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The arsenazo III photometric method for the determination of  
zirconium content after separation by p-bromomandelic acid

本标准适用于碳钢、合金钢、高温合金和精密合金中锆量的测定。测定范围：0.005~0.300%。  
本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

### 1 方法提要

试样用盐酸-硝酸混合酸溶解，加钨酸钠，经高氯酸冒烟后，加对溴苦杏仁酸沉淀，使锆与铁、铝、钒、钛、钼、钽和稀土等定量分离。在6N硝酸介质中锆与偶氮胍Ⅲ生成绿色络合物，测量其吸光度。

显色液中含铌小于0.6mg、钽小于0.2mg时，可用过氧化氢掩蔽。

### 2 试剂

2.1 焦硫酸钾。

2.2 盐酸（比重1.19）。

2.3 硝酸（比重1.42）。

2.4 硝酸（1+3）。

2.5 盐酸-硝酸混合酸：盐酸（2.2）、硝酸（2.3）与水按（1+1+1）混合。

2.6 高氯酸（比重1.67）。

2.7 对溴苦杏仁酸溶液（5%）：称取5g对溴苦杏仁酸，置于250ml烧杯中，加入25ml乙醇，使其溶解完全，用水稀释至100ml，混匀。如无对溴苦杏仁酸时，对氯苦杏仁酸也可用。

2.8 钨酸钠溶液：称取11.21g钨酸钠（ $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）置于250ml烧杯中，加100ml水，使其溶解完全，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含12.5mg钨。

2.9 洗涤液：于塑料瓶中加入500ml水、20ml对溴苦杏仁酸溶液（2.7）和20ml盐酸（2.2），混匀。

2.10 酒石酸溶液（50%）。

2.11 尿素溶液（15%）。用时配制。

2.12 偶氮胍Ⅲ溶液（0.2%）。

2.13 过氧化氢（1+9）。

2.14 锆标准溶液

2.14.1 称取0.1766g氯化锆酰（ $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ）基准试剂，置于250ml烧杯中，加入100ml硝酸（2.4）使溶解完全，移入1000ml容量瓶中，用硝酸（1+3）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含50μg锆。

2.14.2 移取25.00ml锆标准溶液（2.14.1），置于500ml容量瓶中，用硝酸（1+3）稀释至刻度，