

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 苯甲酰苯基羟胺分光光度法测定钒量

GB/T 13747.18-92

Zirconium and zirconium alloys
—Determination of vanadium content
—N-benzoyl-N-phenylhydroxylamine spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中钒含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中钒含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.020%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料用氢氟酸溶解,硼酸络合过量的氢氟酸,在硫酸介质中,用高锰酸钾将钒(Ⅲ)氧化成钒(Ⅴ),磷酸络合主体锆,在盐酸介质中,用三氯甲烷萃取苯甲酰苯基羟胺与钒(Ⅴ)生成的红色络合物,于分光光度计波长 530nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 三氯甲烷。

4.2 氢氟酸(1+1)。

4.3 硼酸饱和溶液。

4.4 硝酸(1+1)。

4.5 硫酸(1+1)。

4.6 磷酸(1+1)。

4.7 盐酸(1+1)。

4.8 高锰酸钾溶液(5g/L)。

4.9 亚硝酸钠溶液(10g/L)。用时现配。

4.10 尿素溶液(100g/L)。

4.11 苯甲酰苯基羟胺(钼试剂)-三氯甲烷溶液(2g/L):称取 1g 钼试剂溶解于 500mL 三氯甲烷中。

4.12 钒标准贮存溶液:称取 0.178 5g 经 105℃ 烘干 1h 并冷却至室温的五氧化二钒(>99.95%),溶解于 10mL 氢氧化钠溶液(10g/L)中,用硫酸(4.5)酸化并过量 10mL,移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施