



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.14—2017
代替 GB/T 13747.14—1992

锆及锆合金化学分析方法 第 14 部分: 铀量的测定 极谱法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 14:Determination of uranium content—
Polarography

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：铪量的测定 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：铌量的测定 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 14 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 13747.14—1992《锆及锆合金化学分析方法 催化示波极谱法测定铀量》。本部分与 GB/T 13747.14—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)；
- 增加了试样条款(见第 5 章)；
- 增加精密度条款(见第 8 章, 1992 年版的第 8 章)；
- 增加了试验报告条款(见第 9 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：西部金属材料股份有限公司、西北有色金属研究院、湖南出入境检验检疫局、广东省工业分析检测中心。

本部分主要起草人：刘厚勇、翟通德、杨军红、杨平平、王晓艳、杨万彪、吕小园、熊晓燕、王津。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13747.14—1992。

锆及锆合金化学分析方法

第 14 部分: 铀量的测定

极谱法

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中铀含量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中铀含量的测定。测定范围: 0.000 10% ~ 0.000 50%。

2 方法提要

采用氢氟酸溶解样品, 滴加硝酸氧化不溶碳化物或氮化物, 在硝酸介质中用磷酸三丁脂-甲苯萃取分离铀。在铜铁试剂存在下, 用示波极谱仪测量铀的吸附催化波。

3 试剂和材料

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。

- 3.1 氢氟酸($\rho=1.15 \text{ g/mL}$), 优级纯。
- 3.2 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$), 优级纯。
- 3.3 高氯酸($\rho=1.68 \text{ g/mL}$), 优级纯。
- 3.4 硝酸(1+3)。
- 3.5 硝酸(1+1)。
- 3.6 乙二胺四乙酸二钠溶液(100 g/L)。
- 3.7 硝酸铵溶液(700 g/L)。
- 3.8 磷酸三丁脂(TBP)-甲苯萃取剂: 将 60 mL TBP 与 500 mL 甲苯混合于 1 000 mL 分液漏斗中, 每次加入 120 mL 硝酸铵溶液(50 g/L), 萃取二次, 加入 120 mL 水萃取一次, 加入 120 mL 硝酸(3.4)萃取一次。每次萃取振荡 3 min, 静置分层, 弃去水相。有机相贮存于磨口试剂瓶中。
- 3.9 洗涤液: 称取 13 g 乙二胺四乙酸二钠溶于 500 mL 热水中, 加入 135 g 硝酸铵, 溶解后再加入 60 mL 硝酸(3.2), 用水稀释至 1 000 mL 体积, 混匀。
- 3.10 混合底液: 称取 47.6 g 乙酸钠($\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), 12.5 g 乙二胺四乙酸二钠, 3 g 草酸铵, 加热溶于 400 mL 水中, 冷却后加入 20 mL 冰乙酸, 以水稀释至 500 mL 体积, 混匀。
- 3.11 铜铁试剂溶液(0.5 g/L): 称取 0.05 g 铜铁试剂溶于 100 mL 水中, 用时现配。
- 3.12 铀标准贮存溶液: 称取 0.117 9 g 经 105 ℃ 烘干 1 h 并冷却至室温的八氧化三铀(U_3O_8)于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硝酸(3.5)加热至完全溶解, 冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铀。
- 3.13 铀标准溶液: 移取 10.00 mL 铀标准贮存溶液(3.12)于 1 000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铀。
- 3.14 氮气: 体积分数 $\geq 99.99\%$ 。

4 仪器

极谱分析仪。附滴汞电极、汞池阳极或三电极体系。

仪器的检测下限对镉(Ⅱ)不大于 1×10^{-7} mol/L, 分辨率不大于 35 mV。

5 试样

5.1 取样

海绵锆、锆及锆合金的取样应按照已颁布的相应标准方法进行。

5.2 试样处理

将试样剪成长度不大于 5 mm 的碎屑, 以四氯化碳清洗, 干燥。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.50 g 试样(第 5 章), 精确至 0.1 mg。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于铂皿中, 加入约 5 mL 水, 分次滴加 1 mL~2 mL 氢氟酸(3.1)溶解试料。滴加 3 滴~5 滴硝酸(3.2)加热至溶解完全。

6.4.2 将溶液加热蒸干, 加入 2 mL 硝酸(3.2)润湿盐类, 再蒸干。加入 15 mL 硝酸(3.4), 加热至盐类完全溶解。冷却后移入 100 mL 分液漏斗中, 用少量水洗净铂皿, 使溶液总体积为 25 mL。

6.4.3 加入 10 mL 硝酸(3.5), 5 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(3.6), 5 mL 硝酸铵溶液(3.7), 混匀。加入 15 mL TBP-甲苯萃取剂(3.8), 振荡 3 min。静置分层, 弃去水相。加入 15 mL 洗涤液(3.9)。振荡洗涤 1 min。静置分层, 弃去水相。

6.4.4 加入 15 mL 水, 反萃取振荡 3 min。静置分层后, 水相放入 50 mL 烧杯中。再以 15 mL 水反萃取 1 次, 合并水相, 弃去有机相。将水相加热蒸干。加入 4 mL 高氯酸(3.3), 加热冒烟并蒸至近干, 冷却。

6.4.5 加入 5.00 mL 混合底液(3.10)溶解盐类, 加入 0.5 mL 铜铁试剂溶液(3.11), 混匀。

6.4.6 将溶液倒入预先加汞的电解池中, 通氮气(3.14)5 min。使用示波极谱仪、阴极化扫描、起始电位 -0.20 V, 以适当的电流倍率测量铀的一次导数波高。

6.4.7 减去空白试验溶液的波高, 从工作曲线上查得相应的铀量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 铼标准溶液(3.13)置于一组 100 mL 分液漏斗中, 加入 15 mL 硝酸(3.4), 加水至溶液总体积约为 25 mL。以下按 6.4.3~6.4.6 进行。

6.5.2 减去试剂空白波高, 以铀量为横坐标, 波高为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

铀量以铀的质量分数 w_u 计, 按式(1)计算:

武中，

m,——自工作曲线上查得的轴量,单位为微克(μg);

m_0 —试料的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过 (r) ，超过重复性限 (r) 的情况不超过5%。重复性限 (r) 按表1数据采用线性内插法求得。

表 1 重复性限

铀的质量分数/%	重复性限/%
0.000 11	0.000 03
0.000 31	0.000 04
0.000 48	0.000 05

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差

铀的质量分数/%	允许差/%
0.000 10~0.000 30	0.000 05
>0.000 30~0.000 50	0.000 10

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试样；
 - 使用的标准(包括发布或出版年号)；
 - 使用的方法(如果标准中包括几个方法)；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。

中华人民共和国

国家标准

锆及锆合金化学分析方法

第14部分：铀量的测定

极谱法

GB/T 13747.14—2017

*

中国标准出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 11 千字
2017年10月第一版 2017年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-57727 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究



GB/T 13747.14-2017