



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：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 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。

GB/T 13747.14—2017

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酯-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($\rho=1.15$ g/mL),优级纯。
- 3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL),优级纯。
- 3.3 高氯酸($\rho=1.68$ 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 磷酸三丁酯(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 °C 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。