



中华人民共和国国家标准

GB/T 23514—2020
代替 GB/T 23514—2009

核级银-铟-镉合金化学分析方法

Methods for chemical analysis of nuclear-grade Ag-In-Cd alloys

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 23514—2009《核级银-钢-铜合金化学分析方法》。

本标准与 GB/T 23514—2009 相比较主要技术变化如下：

- 修改了乙二胺四乙酸二钠的英文缩写 EDTA 为 Na_2EDTA (见第 2 章, 2009 年版全文)；
- 修改了氯化钠及 Na_2EDTA 标准滴定溶液浓度的标定次数 (见 2.2.14, 2009 年版的 3.13)；
- 修改了仪器设备部分的内容 (见 2.3, 2009 年版的第 4 章)；
- 增加了银滴定部分对 pH 计的描述 (见 2.5.3.3, 2009 年版的 6.2.3)；
- 将允许差改为精密度 (见 2.7, 2009 年版的 8.2)；
- 增加了电感耦合等离子体质谱法 (见第 3 章)。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会 (SAC/TC 243) 归口。

本标准起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、广东省工业分析检测中心、宁夏东方钽业股份有限公司、宝钛集团有限公司、国标(北京)检验认证有限公司。

本标准主要起草人：刘厚勇、王小静、王歆凯、许洁瑜、张俊峰、刘婷、王长华、王津、侯川、熊晓燕、墨淑敏、张林娜。

本标准所代替标准的历次版本情况为：

- GB/T 23514—2009。

核级银-铟-镉合金化学分析方法

1 范围

本标准规定了核级银-铟-镉(AgInCd₈₀₋₁₅₋₅)合金中主成分银、铟、镉及杂质元素镁、铋、铜、铁、锰、镍、铅、锡、锌含量的测定方法。

本标准适用于核级银-铟-镉(AgInCd₈₀₋₁₅₋₅)合金中主元素银、铟、镉含量和杂质元素镁、铋、铜、铁、锰、镍、铅、锡、锌含量的测定,测定范围:0.000 5% ~ 0.010%。

2 银、铟、镉含量的测定 滴定法

2.1 原理

样品用硝酸溶解。先采用电位滴定法测定银含量,使用复合银电极,用氯化钠标准溶液滴定至电位终点;调整溶液 pH 值为 2.5,以 PAN 为指示剂,用 Na₂EDTA 标准溶液滴定铟;调整溶液 pH 值为 6.0,继续用 Na₂EDTA 标准溶液滴定镉。

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试验室二级水。

2.2.1 电解银($w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$)。

2.2.2 金属铟($w_{\text{In}} \geq 99.99\%$)。

2.2.3 金属镉($w_{\text{Cd}} \geq 99.99\%$)。

2.2.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

2.2.5 冰乙酸(ρ 1.049 g/mL)。

2.2.6 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.2.7 硝酸(1+1)。

2.2.8 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

2.2.9 乙酸-乙酸钠溶液:称取乙酸钠 20 g 溶于水中,加入 46.2 mL 冰乙酸(2.2.5),用水稀释至 500 mL,混匀。

2.2.10 PAN 指示剂:称取 0.1 g PAN 指示剂溶于 100 mL 甲醇中,混匀。

2.2.11 氯化钠标准滴定溶液($c \approx 0.050$ mol/L):称取 2.92 g 氯化钠(预先在 560 °C 烧 4 h 后,置于干燥器中冷却至室温)置于 500 mL 烧杯中,加 300 mL 水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.2.12 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)标准滴定溶液($c \approx 0.010$ mol/L):称取 3.72 g Na₂EDTA 置于 500 mL 烧杯中,加 300 mL 水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.2.13 银铟镉(AgInCd₈₀₋₁₅₋₅)标准混合溶液:准确称取事先用有机试剂清洗并于干燥器中干燥的金属电解银(2.2.1)8.000 0 g,金属铟(2.2.2)1.500 0 g 和金属镉(2.2.3)0.500 0 g,一并放入 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(2.2.7),低温加热使样品溶解完全,除尽氮的氧化物,移入 100 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.2.14 氯化钠及 Na₂EDTA 标准滴定溶液浓度的标定:移取 10.00 mL 银铟镉标准混合溶液(2.2.13)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。移取四份上述溶液各 10.00 mL 分别置于四个 100 mL 烧杯中,用水稀释至约 40 mL。以下按 2.5.3.3~2.5.3.5 进行。各元素平行标定所消耗标准滴定溶液体