



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.16—2017
代替 GB/T 13747.16—1992

锆及锆合金化学分析方法 第 16 部分：氯量的测定 氯化银浊度法和离子选择性电极法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 16: Determination of chloric content—
Silver chloride nephelometry and ion selective electrode method

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 16 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 13747.16—1992《锆及锆合金化学分析方法 氯化银浊度法测定氯量》。本部分与 GB/T 13747.16—1992 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 氯化银浊度法测定下限由 0.002 0% 调整为 0.001 0% (见第 1 章, 1992 年版的第 1 章)；
- 删除了“引用标准”(1992 年版的第 2 章)；
- 氯化银浊度法由“荧光光度计”改为“分光光度计”(见 2.3, 1992 年版的第 5 章)；
- 增加了离子选择性电极法(见第 3 章)；
- 增加了试样条款(见 2.4)；
- 将允许差改为精密度条款(见 2.7 和 3.7, 1992 年版的第 8 章)；

GB/T 13747.16—2017

——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、国核宝钛锆业股份公司、宝钛集团有限公司、西北有色金属研究院、广东省工业分析检测中心、国标(北京)检验认证有限公司、西部新锆核材料科技有限公司。

本部分主要起草人:翟通德、李刚、张斌、张娟萍、周金芝、赵旭东、李震乾、白焕焕、苗磊、李剑、罗琳、王金磊、陈晓东、麦丽碧、佟伶、侯川。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.16—1992。

锆及锆合金化学分析方法

第 16 部分:氯量的测定

氯化银浊度法和离子选择性电极法

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中的氯量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中氯量的测定。方法一测定范围:0.001 0%~0.030%;方法二测定范围:0.000 4%~0.020%。测定方法交叉时,方法一为仲裁方法。

2 方法一 氯化银浊度法

2.1 方法提要

试料用氢氟酸溶解,硼酸络合过量的氢氟酸,在硝酸介质中,银与氯离子生成氯化银悬浊液,以乙二醇作稳定剂,用分光光度计测量其浊度值。

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实验室二级水。

2.2.1 乙二醇。

2.2.2 氢氟酸(1+1),优级纯。

2.2.3 硼酸饱和溶液,优级纯。

2.2.4 硝酸(1+1),优级纯。

2.2.5 硝酸银溶液(5 g/L),贮存于棕色瓶中。

2.2.6 氯标准贮存溶液:称取 0.164 9 g 经 400 °C~450 °C 灼烧 1 h 并冷却至室温的氯化钠($w_{\text{NaCl}} \geq 99.95\%$),用水溶解,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 氯。

2.2.7 氯标准溶液:移取 50.00 mL 氯标准贮存溶液(2.2.6)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 氯。

2.3 仪器

分光光度计。

2.4 试样

海绵锆、锆及锆合金试样加工成屑状。

2.5 分析步骤

2.5.1 试料

按表 1 称取试样(2.4),精确至 0.1 mg。