

UDC 546.831.062
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.14—92

锆及锆合金化学分析方法 催化示波极谱法测定铀量

Zirconium and zirconium alloys—Determination of
uranium content—Catalytic-oscillopolarographic method

1992-11-05 发布

1993-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 催化示波极谱法测定铀量

GB/T 13747.14-92

Zirconium and zirconium alloys—Determination of
uranium content—Catalytic-oscillopolarographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中铀含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中铀含量的测定。测定范围:0.0001%~0.0005%。

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

3 方法原理

试料用氢氟酸-硝酸溶解,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。

4 试剂

4.1 氢氟酸(ρ 1.15g/mL),优级纯。

4.2 硝酸(ρ 1.42g/mL),优级纯。

4.3 高氯酸(ρ 1.68g/mL),优级纯。

4.4 硝酸(1+3),优级纯。

4.5 硝酸(1+1),优级纯。

4.6 乙二胺四乙酸二钠溶液(100g/L)。

4.7 硝酸铵溶液(700g/L)。

4.8 磷酸三丁酯(TBP)-甲苯萃取剂:将 60mL TBP 与 500mL 甲苯混合于 1 000mL 分液漏斗中,每次加入 120mL 硝酸铵溶液(50g/L),萃取二次,加入 120mL 水萃取一次,加入 120mL 硝酸(4.4)萃取一次。每次萃取振荡 3min,静置分层,弃去水相。有机相贮存于磨口试剂瓶中。

4.9 洗涤液:称取 13g 乙二胺四乙酸二钠溶于 500mL 热水中,加入 135g 硝酸铵,溶解后再加入 60mL 硝酸(4.2),用水稀释至 1 000mL 体积,混匀。

4.10 混合底液:称取 47.6g 乙酸钠($\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)、12.5g 乙二胺四乙酸二钠、3g 草酸铵,加热溶于 400mL 水中,冷却后加入 20mL 冰乙酸,以水稀释至 500mL 体积,混匀。

4.11 铜铁试剂溶液(0.5g/L):称取 0.05g 铜铁试剂溶于 100mL 水中。用时现配。

4.12 铀标准贮存溶液:称取 0.117 9g 经 105℃烘干 1h 并冷却至室温的八氧化三铀(U_3O_8)于 100mL 烧杯中,加入 10mL 硝酸(4.5)加热至完全溶解。冷却后移入 1 000mL 容量瓶中,以水稀释到刻度,混

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施