



中华人民共和国国家标准

GB/T 23514—2009

核级银-铟-镉合金化学分析方法

Chemical analysis methods for nuclear-grade Ag-In-Cd alloys

2009-04-08 发布

2010-02-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
核级银-钢-镉合金化学分析方法
GB/T 23514—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 8 千字
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-37483

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

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归口。

本标准负责起草单位：西部金属材料股份有限公司。

本标准参加起草单位：西北有色金属研究院、中国有色金属工业西北质量监督检验中心。

本标准主要起草人：江燕妮、叶红川、李波、孙宝莲、杨军红、张斌、翟通德、赵飞、魏东。

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(Ag₈₀InCd)合金中银、铟及镉含量的测定方法。

本标准适用于核级银-铟-镉(Ag₈₀InCd)合金中银、铟及镉含量的测定。

2 方法原理

试料用硝酸溶解。先采用电位滴定法测定银含量,以银电极为指示电极,双盐桥式电极为参比电极,用氯化钠标准溶液滴定至电位终点;调整溶液 pH 值为 2.5,将溶液煮沸至上层溶液清亮,以 PAN 为指示剂,趁热用 EDTA 标准溶液滴定铟;调整溶液 pH 值为 6.0,继续用 EDTA 标准溶液滴定镉。

3 试剂

除非另有说明,在分析中使用的试剂均为分析纯,使用的水均为二次去离子水或相当纯度的水。

3.1 电解银(纯度≥99.99%)。

3.2 金属铟(纯度≥99.99%)。

3.3 金属镉(纯度≥99.99%)。

3.4 氨水(ρ 约 0.90 g/mL)。

3.5 冰乙酸(ρ 约 1.049 g/mL)。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.8 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(3.5),以水稀释至 500 mL,混匀。

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

3.10 氯化钠标准滴定溶液[c(NaCl)=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。

3.11 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液[c(EDTA)=0.010 mol/L]:称取 3.72 g EDTA 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。

3.12 银铟镉(AgInCd₈₀₋₁₅₋₅)标准合成溶液

准确称取事先用有机试剂清洗并于干燥器中干燥的电解银(3.1)8.000 0 g,金属铟(3.2)1.500 0 g 和金属镉(3.3)0.500 0 g,一起放入 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.6),低温加热使样品溶解完全,除尽氮的氧化物,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.13 氯化钠及 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

移取 10.00 mL 银铟镉标准合成溶液(3.12)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

移取三份上述溶液各 10.00 mL 分别置于三个 100 mL 烧杯中,用水稀释至约 30 mL。以下按 6.2.3~6.2.5 进行。各元素平行标定所消耗标准滴定溶液体积的极差值应不超过 0.02 mL,取其平均值。分别测得氯化钠标准溶液(3.10)滴定银的浓度 c_1 ,EDTA 标准溶液(3.11)滴定铟和镉的浓度 c_2 、 c_3 ,分别按式(1)、式(2)和式(3)计算。

$$c_1 = \frac{0.080\ 000 \times 1\ 000}{V_1 \times 107.87} \dots\dots\dots (1)$$