



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.17—2017
代替 GB/T 13747.17—1992

锆及锆合金化学分析方法 第 17 部分：镉量的测定 极谱法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 17: Determination of cadmium 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锆及锆合金化学分析方法
第 17 部分：镭量的测定
极谱法

GB/T 13747.17—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址：www.spc.org.cn

服务热线：400-168-0010

2017 年 10 月第一版

*

书号：155066·1-57730

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 13747《铅及铅合金化学分析方法》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 二苯卡巴肟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：铪量的测定 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 17 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 13747.17—1992《铅及铅合金化学分析方法 示波极谱法测定镉量》。本部分与 GB/T 13747.17—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)；
- 将允许差改为精密度条款(见第 8 章,1992 年版的第 8 章)；
- 增加了试验报告条款(见第 9 章)。

GB/T 13747.17—2017

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、西北有色金属研究院、湖南出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:杨军红、刘厚勇、石新层、魏东、杨平平、王晓艳、杨万彪、吕小园。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.17—1992。

锆及锆合金化学分析方法

第 17 部分: 镉量的测定

极谱法

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中镉量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中镉含量的测定。测定范围: 0.000 02%~0.000 50%。

2 方法提要

试料以氢氟酸溶解, 用柠檬酸铵掩蔽锆, 在 pH 9~pH 10 的碱性介质中, 用双硫脲-三氯甲烷萃取分离镉, 在稀盐酸底液中用示波极谱仪测量镉的阴极化二次导数波高。

铅含量大于 0.005% 时, 对镉的测定产生干扰。在标准系列溶液中加入与试料溶液等同浓度的铅量以消除干扰。

3 试剂和材料

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室二级水。

3.1 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 高氯酸($\rho=1.68$ g/mL)。

3.4 氨水($\rho=0.9$ g/mL), 液氨经蒸馏水吸收提纯。

3.5 盐酸[$c(\text{HCl})=0.5$ mol/L]。

3.6 柠檬酸三铵溶液(300 g/L): 称取 150 g 柠檬酸三铵溶于约 300 mL 水中, 加入 100 mL 硼酸(优级纯)饱和溶液, 以水稀释至 500 mL 体积, 混匀。

3.7 双硫脲-三氯甲烷萃取剂(0.5 g/L), 称取 2.5 g 双硫脲溶于约 400 mL 三氯甲烷中, 移入 1 000 mL 分液漏斗中。加入 200 mL 氨水(1+9), 振荡 3 min, 静置分层, 有机相放入另一个分液漏斗中, 水相放入 500 mL 烧杯中保留。有机相中再加入 200 mL 氨水(1+9) 提取一次, 弃去有机相。合并水相, 用脱脂棉滤去不溶物。滴加盐酸使水相酸化, 双硫脲沉淀完全后移入分液漏斗中。分两次共加入 500 mL 三氯甲烷振荡提取, 使双硫脲溶于有机相。合并有机相, 用 500 mL 水振荡洗涤一次。有机相于棕色瓶中密封保存。此有机相 1 L 含 5 g 双硫脲, 用时以三氯甲烷稀释至 0.5 g/L。

3.8 柠檬酸铵-氨水洗涤液: 每 100 mL 溶液中含有 3 g 柠檬酸三铵、1 mL 氨水(3.4)。

3.9 镉标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属镉($w_{\text{Cd}}\geq 99.9\%$) 加热溶于 20 mL 盐酸(1+1) 中, 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 镉。

3.10 镉标准溶液: 移取 10.00 mL 镉标准贮存溶液(3.9) 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 镉。

3.11 铅标准溶液: 称取 0.100 0 g 金属铅($w_{\text{Pb}}\geq 99.99\%$), 于 20 mL 硝酸(1+2) 中, 加热溶解, 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 铅。