

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T ×××-××××

## 海绵锆表面氯含量测定方法

Determination method for surface chloric content of sponge zirconium

(预审稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：国核锆铪理化检测有限公司、国核宝钛锆业股份公司、宝钛集团有限公司、陕西亿创钛锆检测有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、国家电投科学技术研究院、上海核工程研究设计院股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司。

本文件主要起草人：

## 海绵锆表面氯含量测定方法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本文件规定了海绵锆表面氯离子的测定方法。

本文件适用于海绵锆表面氯离子的测定，测定范围：0.0010%~0.200%。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

### 3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

### 4 原理

氯离子复合选择性电极是由氯化银和硫化银的粉末混合物压制而成的敏感膜，当将离子选择性电极放浸入含氯离子的溶液中，可产生相应的膜电势（膜电势的大小与氯离子活度的对数值成线性关系）。当氯离子浓度在一定范围内时，电池电动势与氯离子活度成线性关系，从而计算得出溶液的氯离子浓度。

### 5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

5.3 氯化钠（ $W_{\text{NaCl}}\geq 99.95\%$ ，基准试剂）。

5.4 硝酸（1+9）。

5.5 离子强度调节剂：称取 425 g 硝酸钠（ $W_{\text{NaNO}_3}\geq 99.95\%$ ），用水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.6 氯标准溶液：市售能够量值溯源的有证标准溶液，质量浓度为 10000 mg/L。

5.7 氯标准贮存溶液：称取 16.49 g 氯化钠（5.3）于烧杯中，用水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含有 10 mg 氯。

### 6 仪器设备

氯离子选择电极、搅拌电机、具有离子浓度测量及自动计算功能的离子计。

### 7 样品

样品应为银灰色海绵状金属，表面干燥洁净，无目视可见的夹杂物，粒度均匀。

### 8 试验步骤

### 8.1 试料

称取样品  $200\text{ g} \pm 1\text{ g}$ ，精确至  $0.1\text{ mg}$ 。

### 8.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

### 8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 8.4 分析试液的制备

将试料（8.1）置于玻璃烧杯中，用硝酸（5.4）浸没样品，在电热板上于  $80^\circ\text{C}$  条件下加热  $15\text{ min}$ ，并随同样品制备空白。待样品冷却至室温时，将浸出液转移至玻璃量筒中，用硝酸（5.4）将定容至  $200\text{ mL}$ ，将其中  $100\text{ mL}$  转移至测量烧杯中，加入  $2\text{ mL}$  离子强度调节剂（5.5），待测。

### 8.5 工作曲线溶液配制

移取  $0.1\text{ mL}$ 、 $1\text{ mL}$ 、 $2\text{ mL}$ 、 $5\text{ mL}$ 、 $10\text{ mL}$ 、 $20\text{ mL}$  氯标准溶液（5.6）或氯标准贮存溶液（5.7），置于一组  $100\text{ mL}$  容量瓶中，加入  $10\text{ mL}$  硝酸（5.2）， $2\text{ mL}$  离子强度调节剂（5.5），用水稀释至刻度，混匀。

### 8.6 测定

仪器按照其使用说明书进行准备和预热后，将工作曲线溶液转移至塑料烧杯中，进行曲线校准，以浓度的对数为横坐标，电势为纵坐标，仪器自动生成校准曲线。待测量校准完成后进行空白试液测定，然后进行试样溶液的测量，仪器自动显示氯的浓度值。

数据的修约按照 GB/T 8170 中的规定执行。

## 9 试验数据处理

按公式（1）计算待测元素的质量分数（ $w_{\text{cl}}$ ），数值以%表示：

$$w_{\text{cl}} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式（1）中：

$\rho_1$ ——自工作曲线上查得的分析试液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ ——自工作曲线上查得的空白溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V$ ——测定试液的体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（ $\text{g}$ ）。

## 10 精密度

### 10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在表1中给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ $r$ ），超过重复性限（ $r$ ）情况不超过5%。重复性限（ $r$ ）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

$W_{Ca}/\%$	$r/\%$
0.016	0.00076
0.048	0.00152
0.109	0.00329
0.187	0.00524

## 10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在表2中给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ $R$ ），超过再现性限（ $R$ ）情况不超过5%。再现性限（ $R$ ）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

$W_{Ca}/\%$	$R/\%$
0.016	0.00087
0.048	0.00154
0.109	0.00334
0.187	0.00574

## 11 试验报告

试验报告应至少应给出以下几个方面内容：

- 样品；
- 本文件编号；
- 试验使用的设备；
- 分析结果及其表示；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验人员及试验日期。