



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.20—2017
代替 GB/T 13747.20—1992

锆及锆合金化学分析方法 第 20 部分：铪量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 20: Determination of hafnium content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

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《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 20 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分替代 GB/T 13747.20—1992《铅及铅合金化学分析方法 发射光谱法测定铪量》。本部分与 GB/T 13747.20—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)；
- 方法上限由 0.30% 扩至 5.00% (见 1, 1992 年版的第 1 章)；
- 测定方法由“原子发射光谱法”改为“电感耦合等离子体原子发射光谱法”；
- 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)；

GB/T 13747.20—2017

——增加了试验报告(见第章 9)。

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

本部分主要起草人:禄妮、刘雷雷、李波、朱丽、马晓敏、惠泊宁、焦永刚、周军、王津、熊晓燕、王立、李甜、杨军红、白焕焕、谢明明、王郭亮。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.20—1992。

锆及锆合金化学分析方法

第 20 部分: 铪量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中铪量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中铪量的测定。测定范围: 0.005 0%~5.00%。

2 方法提要

用盐酸和氢氟酸溶解试料, 滴加硝酸氧化。用电感耦合等离子体原子发射光谱法进行测定, 按工作曲线法计算铪的质量浓度, 以质量分数表示测定结果。

3 试剂

除另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

3.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 氢氟酸(1+1)。

3.4 金属锆($w_{Zr}\geq 99.95\%$, $w_{Hf}<0.0005\%$)。

3.5 铪标准贮存溶液: 称取 1.000 0 g 纯铪($w_{Hf}\geq 99.95\%$)于聚四氟乙烯烧杯中, 缓慢滴加 4 mL 氢氟酸(3.3)使其溶解, 加入 10 mL 盐酸(3.2), 摇匀。取下, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。立刻转入塑料瓶保存。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铪。

3.6 铪标准溶液: 移取 50.00 mL 铪标准贮存溶液(3.5)于 500 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 氢氟酸(3.3), 5 mL 盐酸(3.2)用水稀释至刻度, 混匀。立刻转入塑料瓶保存。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铪。

3.7 氩气: 体积分数 $\geq 99.99\%$ 。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪: 具备耐氢氟酸雾化器系统。

5 试样

5.1 取样

海绵锆、锆及锆合金的取样应按已颁布的相应标准方法进行。

5.2 试样处理

将试样剪成长度不大于 5 mm 的碎屑。