

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 发射光谱法测定铪量

GB/T 13747.20—92

Zirconium and zirconium alloys
—Determination of hafnium content
—Emission spectrographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中铪含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中铪含量的测定。测定范围：0.005%~0.30%。

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

试料以一定量的碳粉和氟化钡的混合物为缓冲剂，直流电弧阳极激发，以 $\log R - \log C$ 工作曲线法计算铪量。

4 试剂和材料

- 4.1 氧化锆(铪含量小于 0.003%)。
- 4.2 锆合金氧化物(铪含量小于 0.003%)。
- 4.3 氧化铪(>99.9%)。
- 4.4 碳粉,光谱纯。
- 4.5 氟化钡。
- 4.6 缓冲剂:三份碳粉(4.4)与一份氟化钡(4.5)混合,磨匀。
- 4.7 碳电极, $\phi 6\text{mm}$ 。
- 4.8 感光板,紫外 I 型。

5 仪器、装置

- 5.1 平面光栅光谱仪:倒数线色散率不大于 0.20nm/mm。
- 5.2 光源:直流电弧,电压 220~350V。
- 5.3 测微光度计。
- 5.4 电极:下电极为杯型,内径 5mm,孔深 5mm,壁厚 1mm,细颈高 7mm。

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施

GB/T 13747.20—92

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.20g 经 950℃ 灼烧 2h 并冷却至室温的试样。

6.2 光谱试样的配制

将试料(6.1)与等量缓冲剂(4.6)混合,磨匀,称取 60mg 装入下电极(5.4)中。

6.3 测定

6.3.1 标样制备

按计算量,在氧化锆(4.1)或锆合金氧化物(4.2)中加入氧化铪(4.3),磨匀,制备成含铪量为 1% 的共标样,再用氧化锆或锆合金氧化物逐步稀释成标样系列,其铪含量为:0.3%,0.1%,0.03%,0.01%,0.003%。分别称取其一定量与等量缓冲剂混合,磨匀。

6.3.2 测定条件

摄谱仪:波段范围 270.0~290.0nm,三透镜照明系统,中间光栏高 5.0mm,狭缝宽 20μm。

光源:直流电弧,电流 18A,阳极激发。

电极:下电极(5.4);上电极为圆锥形。

预燃时间:25s。

曝光时间:80s。

暗室处理:显影液 A+B 配方,20±1℃ 显影 4min,定影,水洗,干燥。

黑度测量:S 标尺,狭缝宽 200μm。

分析线对及线性范围见表 1。

表 1

分析线, nm	背景	内标线, nm	分析范围, %
Hf 282.002	长波	Zr 279.605	0.005~0.30

6.3.3 摄谱与测量

将光谱试样(6.2)与标样(6.3.1)在同一感光板上摄谱,经暗室处理后测量其谱线黑度。

7 分析结果的表述

以 logK-logC 绘制工作曲线,由此计算氧化锆或锆合金氧化物中铪的百分含量。分析结果再乘以换算因数 1.35,即得金属锆或锆合金中铪的百分含量。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

铪 含 量	允 许 差
0.005 0~0.008 0	0.003 0
>0.008 0~0.030 0	0.005 0
>0.03 0~0.100	0.015
>0.10~0.30	0.03

GB/T 13747.20—92

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人李麟。