

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 惰气熔融库仑法测定氧量

GB/T 13747.22—92

Zirconium and zirconium alloys
—Determination of oxygen content—Inert
gas fusion coulometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中氧含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中氧含量的测定。测定范围：0.05%~0.50%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析标准编写规定

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

在氩载气流里，试样中的氧在高温石墨坩埚中与碳反应生成一氧化碳，通过加热的五氧化二碘生成二氧化碳，进入已设定 pH 值的高氯酸钡溶液被吸收，产生的氢离子使溶液的 pH 值下降。通过电解、使溶液的 pH 值恢复至原设定值。根据电解时所消耗的电量计算其氧量。

4 试剂与材料

4.1 镍(99.99%)，丝状或片状。

4.2 锡粒。

4.3 镍囊(99.99%)，约 300mg。

4.4 碳酸钡。

4.5 五氧化二碘，颗粒状。

4.6 氩气净化用材料与试剂：五氧化二磷、海绵钛粒(φ2mm 左右)、硫代硫酸钠、玻璃棉。

4.7 石墨粉，光谱纯。

4.8 石墨坩埚。

4.9 氩气(99.99%)。

4.10 清洗液：硝酸(1+8)与氢氟酸(1+23)等体积混匀。

4.11 吸收池溶液：称取 50g 高氯酸钡[Ba(ClO₄)₂·3H₂O]置于 500mL 烧杯中，加入 300mL 水，搅拌溶解后移入 1000mL 容量瓶中，加入 20mL 异丙醇，用水稀释至刻度，混匀。

4.12 阳极池溶液：称取 150~200g 高氯酸钡[Ba(ClO₄)₂·3H₂O]置于 500mL 烧杯中，加入 300mL 水，搅拌溶解后移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

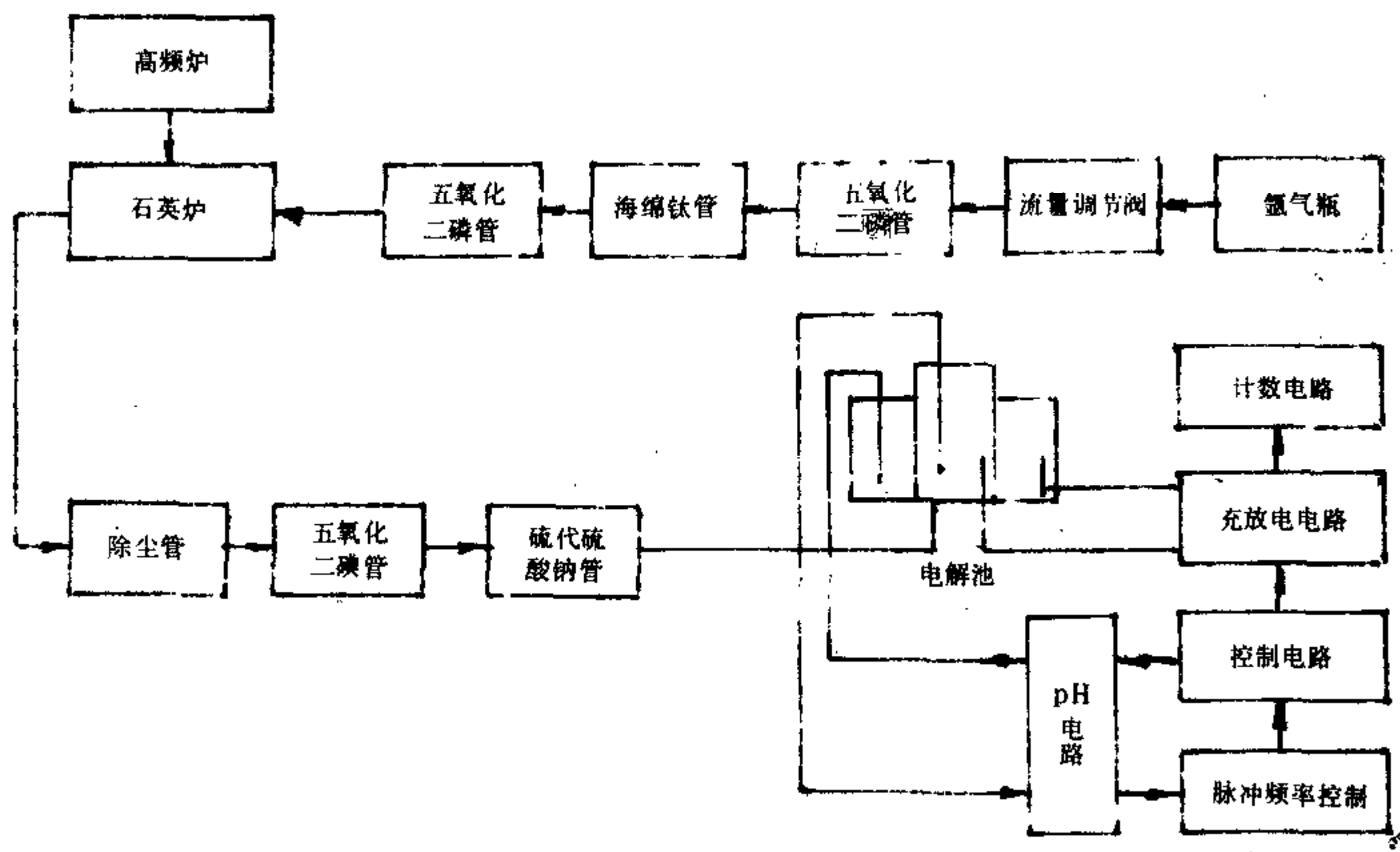
4.13 参考池溶液：移取 100mL 吸收池溶液(4.11)于 300mL 烧杯中，加入 3g 氯化钠，搅拌溶解。

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施

5 仪器设备

惰气熔融库仑法定氧装置见图。



惰气熔融库仑法定氧装置示意框图

6 分析步骤

6.1 试样处理

块状试样用清洗液(4.10)清洗 5min,水洗,或者用专用锉刀慢慢锉试样表面。用乙醇、四氯化碳清洗,吹干。

6.2 试料

称取 0.05~0.1g 试样(6.1),精确至 0.000 1g。

6.3 空白试验

6.3.1 测定准备完成后,检查仪器系统空白,空白值应小于 $7\mu\text{g}/\text{min}$ 。

6.3.2 按测定试料的条件测定镍囊(4.3)空白,测定 3 次取其平均值为镍囊空白。

6.4 测定准备

6.4.1 打开冷却水开关、氩气总阀,调节氩气流速为 $450\text{mL}/\text{min}$,调节装海绵钛管温度为 500°C 左右,装五氧化二磷管温度为 $160\sim 180^\circ\text{C}$,石墨坩埚在 2300°C 下脱气 1h 后,降温至 1950°C 。调节氩气流速为 $300\text{mL}/\text{min}$,调节吸收池溶液(4.11)pH 值至 9.5 左右。测定仪器空白(空白太高,可适当延长高温脱气时间)。

6.4.2 降温至 1500°C ,加入 12g 镍(4.1)和 4g 锡粒(4.2),缓慢升温至 1950°C ,脱气 15min。

6.5 仪器校正

6.5.1 采用恒电流源对电量滴定仪的电解脉冲电流进行电量校正。先给吸收池反向充电 1 库仑电量,正向电解时所显示的脉冲计数应为 167 ± 2 。每个脉冲计数的电量相当于 $0.5\times 10^{-5}\text{g}$ 的氧量。

6.5.2 采用锆或钛中氧含量标样对整个分析过程进行校正。

6.6 将试料(6.2)装入镍囊(4.3)中,投于约 1950°C 的已造好浴的石墨坩埚中,熔融提取至电解终点,

GB/T 13747.22-92

记录计数读数和提取时间,计算氧量。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算氧的百分含量:

$$O(\%) = \frac{[A - (B \cdot t + C)]0.5 \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中:0.5——每个计数所相当的氧量,μg;

A——测定试料脉冲计数;

B——测定空白脉冲计数;

t——提取时间,min;

C——镍囊空白计数;

m——试料的质量,g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差:

氧 含 量	允 许 差	%
0.050~0.100	0.020	
>0.100~0.200	0.030	
>0.20~0.30	0.04	
>0.30~0.50	0.05	

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。

本标准主要起草人于广聪。