

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

××××-××-××实施

××××-××-××发布

铌铪合金化学分析方法

**铪、钛、锆、钨、钽含量的测定--**

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of niobium hafnium alloys

—Determination of hafnium、titanium、zirconium、

wolfram、tantalum contents

—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（讨论稿）

GB/T ×××××—201×

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.50

H 64

1. 前 言

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本标准起草单位：西部金属材料股份有限公司、有色金属技术经济研究院、宝钛集团有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、广东省工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司

本标准主要起草人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

本标准为首次制定。

铌铪合金化学分析方法

铪、钛、锆、钨、钽含量的测定--

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了铌铪合金中铪、钛、锆、钨、钽含量的测定。

本标准适用于铌铪合金中铪、钛、锆、钨、钽含量的测定，测定范围见表1。

表1 铌铪合金中各元素测定范围

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 测定范围/% |
| Hf | 5.0～15.0 |
| Ti | 0.20～2.00 |
| Zr | 0.10～1.0 |
| W | 0.10～1.0 |
| Ta | 0.10～1.0 |

2 方法提要

试料以硝酸和氢氟酸溶解，并用水稀释至一定体积。使用电感耦合等离子体发射光谱仪，于推荐的分析线波长处测量试液中各元素的发射强度，由工作曲线得到各元素的质量浓度。

3 试剂

除非另有说明，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 (ρ1.42g/mL，优级纯)。

3.2氢氟酸 (ρ1.13g/mL，优级纯)。

3.3纯铌（WNb≥99.99%）。

3.4钛标准溶液：准确称取0.1000g金属钛（*w*Ti≥99.99%）于聚四氟乙烯烧杯中，加入10mL水，2mL氢氟酸，1mL硝酸，溶解，冷却，移入100mL聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含lmg钛。

3.5锆标准溶液：称取0.3533g氯氧化锆（wZrOCl2.8H2O≥99.99%）于250mL烧杯中，加入50mL水，搅拌至溶解，移入100mL容量瓶中，补加10mL盐酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含10mg锆。

3.6钨标准溶液 ：称取1.7942g钨酸钠（wNa2WO4·2H2O≥99.90%）于150mL烧杯中，加入50mL水，加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg钨。

3.7钽标准溶液：称取0.1000g金属钽（*w*Ta≥99.99%）于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入5mL硝酸，加入5mL氢氟酸，盖上聚四氟乙烯表面皿，低温加热溶解，冷却，移入100mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg钽。

3.8铪标准溶液 ：称取1.0000g金属铪（*w*Hf≥99.99%）于150mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20mL盐酸，再分次加入5mL氢氟酸使其溶解，冷却，移入1000mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铪。

3.9 氩气（体积分数≥99.99%）。

4 仪器设备

4.1电感耦合等离子体发射光谱仪：具备耐氢氟酸雾化器系统，分辨率小于0.006nm（200nm处）。

4.2各元素推荐的分析线波长见表2。

表2 铌铪合金中各元素推荐的分析线波长

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm |
| Hf | 277.333，264.138 |
| Ti | 368.519 |
| Zr | 339.197，357.247，243.823 |
| W | 239.708，207.912，220.449 |
| Ta | 248.870 |

5 样品

5.1 取样

铌铪合金的取样应按照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5mm的碎屑，以四氯化碳清洗，干燥。

6 试验步骤

6.1 试料

称取0.20g试样，精确至0.1mg。

6.2平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

6.3空白试验

称取与试料质量相当的纯铌（3.3），随同试料做空白试验。

6.4 分析试液的制备

6.4.1分析试液A的制备

将试料（6.1）置于150mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10mL去离子水、2mL氢氟酸（3.2）、5mL硝酸（3.1）水浴加热，待试样溶解完全，冷却，移入100mL聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2分析试液B的制备

将分析试液A（6.4.1）用聚乙烯大肚移液管移取10.00mL于100mL聚乙烯容量瓶中，加入2mL氢氟酸，用水稀释至刻度，混匀。

6.5工作曲线溶液的配制

6.5.1.工作曲线标准溶液A的配制

分别称取0.20g纯铌（3.3）于一组150mL聚四氟乙烯烧杯中，按照6.4.1步骤将其溶解，冷却后移入一组100mL聚乙烯容量瓶中，分别加入钛标准溶液（3.4）0mL、0.40mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL ，锆标准溶液（3.5）0mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL，钨标准溶液（3.6）0mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL，钽标准溶液（3.7）0mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL，用水稀释至刻度，混匀。

6.5.2工作曲线标准溶液B的配制

称取0.20g纯铌（3.3）于150mL聚四氟乙烯烧杯中，按照6.4.1步骤将其溶解，冷却后移入100mL聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀后用聚乙烯大肚移液管移取10.00mL于一组聚乙烯容量瓶中，分别加入铪标准溶液（3.8）0mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL、2.50mL、3.00mL，分别加入2mL氢氟酸，用水稀释至刻度，混匀。

6.6测定

将工作曲线溶液（6.5）引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪，根据试验所选仪器的最佳测定条件，在选定的波长处，测定系列工作曲线溶液中各元素的发射强度，当工作曲线线性相关系数r≥0.999时，即可进行分析试液（6.4）的测定，根据光强度和浓度的关系计算机自动给出各元素的质量浓度。

7试验数据处理

按公式（1）计算各待测元素的质量分数（%）：

………………………（1）

式中：

C——自工作曲线上查得被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

C0——自工作曲线上查得空白试验溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

R——稀释系数；

V——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位有效数字。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表3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3数据采用线性内插法或外延法求得：

表3重复性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 重复性限/% |
| Ti |  |  |
|  |  |
|  |  |
| Zr |  |  |
|  |  |
|  |  |
| W |  |  |
|  |  |
|  |  |
| Ta |  |  |
|  |  |
|  |  |
| Hf |  |  |
|  |  |
|  |  |

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表4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4数据采用线性内插法或外延法求得：

表4再现性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 再现性限/% |
| Ti |  |  |
|  |  |
|  |  |
| Zr |  |  |
|  |  |
|  |  |
| W |  |  |
|  |  |
|  |  |
| Ta |  |  |
|  |  |
|  |  |
| Hf |  |  |
|  |  |
|  |  |

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——所使用的标准（包括发布或出版年号）；

——所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——结果；

——观察到的异常现象；

——试验日期。