

国家市场监督管理总局

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，

Tungsten，tantalum contents

—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（送审稿）

GB/T ×××××—201×

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

H 14

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、西安汉唐分析检测有限公司、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、西北有色金属研究院、国标（北京）检验认证有限公司。

本标准主要起草人：

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 | 5.00～15.00 |
|  Ti | 0.20～2.00 |
|  Zr | 0.10～1.00 |
|  W | 0.10～1.00 |
|  Ta | 0.10～1.00 |

2 方法提要

试料用氢氟酸和硝酸溶解，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优级纯的试剂和实验室二级水。

3.1 硝酸 (ρ1.42g/mL)。

3.2氢氟酸 (ρ1.13g/mL)。

3.3盐酸(ρ1.19g/mL)。

3.4金属铌（*w*Nb≥99.95%）。

3.5钛标准溶液：准确称取0.1000g金属钛（*w*Ti≥99.99%）于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10mL水，5mL盐酸（3.3），2mL氢氟酸（3.2），1mL硝酸（3.1），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。

3.6锆标准溶液：称取0.1000g金属锆（*w*Zr≥99.99%）于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10mL水，2mL氢氟酸（3.2），1mL硝酸（3.1），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锆。

3.7钨标准溶液 ：称取0.1000金属钨（*w*W≥99.95%）于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10mL硝酸（3.1），3mL氢氟酸（3.2），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1mg钨。

3.8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（3.1），分次加入5mL氢氟酸（3.2），盖上聚四氟乙烯表面皿，低温加热溶解，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1mg钽。

3.9铪标准溶液 ：称取0.1000g金属铪（*w*Hf≥99.99%）于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10mL水，2mL氢氟酸（3.2），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1mg铪。

3.10 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：具备耐氢氟酸进样系统，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 各元素推荐的分析线波长

|  |  |
| --- | --- |
|  元素 |  分析线/nm |
|  Hf | 232.25，264.14，277.34 |
|  Ti | 368.52 |
|  Zr | 339.20，357.25 |
|  W | 239.71 |
|  Ta | 248.87 |

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进行。

5.2 试样处理

 将试样剪成长度不大于5mm的碎屑。

6 试验步骤

6.1 试料

称取0.20g试样，精确至0.0001g。

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金属铌（3.4），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，摇匀。

6.4.2分析试液B的制备

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

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金属铌（3.4）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，按照表3分别加入钛、锆、钨、钽标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

表3 工作曲线中各元素标准溶液的加入量

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 加入量/mL |
| 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| Ti | 0 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 3.00 | 4.00 |
| Zr | 0 | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 1.50 | 2.00 |
| W | 0 | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 1.50 | 2.00 |
| Ta | 0 | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 1.50 | 2.00 |
| Hf | 0 | 1.00 | 1.50 | 2.00 | 2.50 | 3.00 |

6.5.2工作曲线标准溶液B的配制

称取0.20g金属铌（3.4）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，混匀后移取10.00mL于一组聚乙烯容量瓶中，按照表3加入铪标准溶液，分别加入2mL氢氟酸，用水稀释至刻度，摇匀。

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）计算各元素的质量分数：

………………………（1）

式中：

*ρ*——自工作曲线上查得待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*0——自工作曲线上查得空白试验溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*R*——稀释系数；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

当计算结果＜1.00%时，保留至小数点后三位；当计算结果≥1.00%时，保留至小数点后两位。

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4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4数据采用线性内插法或外延法求得：

表4 重复性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 重复性限/% |
| Hf | 8.02 | 0.24 |
| 10.01 | 0.25 |
| 13.02 | 0.38 |
| Ti | 0.306 | 0.015 |
| 0.863 | 0.027 |
| 1.51 | 0.04 |
| Zr | 0.299 | 0.014 |
| 0.459 | 0.016 |
| 0.799 | 0.033 |
| W | 0.322 | 0.016 |
| 0.503 | 0.021 |
| 0.800 | 0.029 |
| Ta | 0.301 | 0.015 |
| 0.504 | 0.021 |
| 0.800 | 0.022 |

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5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5数据采用线性内插法或外延法求得：

 表5 再现性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 再现性限/% |
| Hf | 8.02 | 0.25 |
| 10.01 | 0.35 |
| 13.02 | 0.39 |
| Ti | 0.306 | 0.019 |
| 0.863 | 0.034 |
| 1.51 | 0.05 |
| Zr | 0.299 | 0.017 |
| 0.459 | 0.022 |
| 0.799 | 0.036 |
| W | 0.322 | 0.025 |
| 0.503 | 0.029 |
| 0.800 | 0.036 |
| Ta | 0.301 | 0.023 |
| 0.504 | 0.024 |
| 0.800 | 0.025 |

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。