锆及锆合金化学分析方法

第10部分：钨量的测定

硫氰酸盐分光光度法和

电感耦合等离子体原子发射光谱法

编

制

说

明

（送审稿）

《锆及锆合金化学分析方法》编制组

2021年3月

锆及锆合金化学分析方法

第10部分：钨量的测定

硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

# 一、 工作简况

## 1.1 任务来源

根据国标委《国家标准化管理委员会关于下达2019年推荐性国家标准计划（修订）的通知》【国标委发〔2020〕6号】，由西安汉唐分析检测有限公司负责起草《锆及锆合金化学分析方法 第10部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准。项目计划编号为20200740-T-610，完成年限为2021年，归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

## 1.2 主要参加单位和工作成员及其所作的工作

本文件主要起草单位和起草人，以及单位和工作成员分工见表1和表2。

表1 起草单位及所做工作

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 起草单位 | 所做工作 | |
| 西安汉唐分析检测有限公司 | 起草负责单位 | 调研现阶段检测需求和国内外检测方法现状，制定研究方案；完成试验样品的搜集和分发；完成分析方法研究工作；撰写标准文件、研究报告和编制说明；完成数据分析统计工作；广泛征求国内同行试验室及相关企业意见。 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | 第一验证单位 | 对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行验证；提供试验样品的精密度数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出相应的修改建议。 |
| 宝钛集团有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、广东省工业分析检测中心、东方钽业股份有限公司、大连海关技术中心、有研亿金新材料有限公司、国核宝钛锆业股份公司、金堆城钼业集团有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 第二验证单位 | 提供试验样品的精密度数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出相应的修改建议。 |

表2 起草人及所做工作

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 所做工作 |
| 起草单位人员 | 标准工作整体协调和推进；标准起草前期调研、样品搜集；试验方案的确定；标准文件、研究报告和编制说明编写。重复性验证试验；修改标准文件、研究报告和编制说明。 |
| 一验单位人员 | 标准制定过程中对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行了验证。同时，提供了试验样品的精密度数据，对标准文件、研究报告和编制说明提出了相应的修改建议。 |
| 二验单位人员 | 对试验样品进行测试，提供比对试验数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出修改建议。 |

## 1.3 主要工作过程

西安汉唐分析检测有限公司在接到标准制订任务后，成立了标准编制组，并召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

### 1.3.1 起草阶段

（1）2020年4月，接到《国家标准化管理委员会关于下达2019年推荐性国家标准计划（修订）的通知》文件通知。

（2）2020年7月，通过视频会议的方式，形成《锆及锆合金化学分析方法 第10部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准任务落实会会议纪要，确定了由国标（北京）检验认证有限公司为第一验证单位，宝钛集团有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、广东省工业分析检测中心、东方钽业股份有限公司、大连海关技术中心、有研亿金新材料有限公司、国核宝钛锆业股份公司、金堆城钼业集团有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司为第二验证单位。

（3）2020年7月，组建《锆及锆合金化学分析方法 第10部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》起草小组：撰写开题报告，落实课题组长及课题成员的任务，确定标准编审原则。

（4）2020年9月，完成相应分析方法样品的收集和相关研究工作，形成讨论稿、研究报告、征求意见表等，交国标（北京）检验认证有限公司、宝钛集团有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、广东省工业分析检测中心、东方钽业股份有限公司、大连海关技术中心、有研亿金新材料有限公司、国核宝钛锆业股份公司、金堆城钼业集团有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司，并连同验证样品一起分别寄往各验证单位。

（5）2020年10月，陆续收到各验证单位的研究报告及反馈意见，对参与验证单位的意见和建议进行汇总处理，对讨论稿进行修改，完善实验报告，撰写编制说明。

（6）2020年11月，参加全国稀有金属标准化技术委员会在徐州召开的标准讨论会；会上国标（北京）检验认证有限公司、宝钛集团有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、广东省工业分析检测中心、东方钽业股份有限公司、大连海关技术中心、有研亿金新材料有限公司、国核宝钛锆业股份公司、金堆城钼业集团有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司对本标准（讨论稿）提出了修改意见。

（7）徐州会议结束之后，标准编制组根据讨论结果，对讨论稿进行进一步的修改完善，形成了《锆及锆合金化学分析方法 第10部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》征求意见稿。

1.3.2 征求意见阶段

（1）编制组通过发函、中国有色金属标准质量信息网上公开和会议等形式对《锆及锆合金化学分析方法 第10部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》征求意见稿征询意见。

（2）2021年4月20日～4月22日，参加全国稀有金属标准化技术委员会在贵阳召开的标准预审会。会上新疆有色金属研究所、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司等单位的二十余位专家代表，对本标准征求意见稿、编制说明、试验报告进行了细致的讨论，并提出修改意见。

（3）征求意见阶段，共向17家单位发送了《锆及锆合金化学分析方法 第10部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》（征求意见稿），收到回函的单位数为17家，回函并有建议或意见的单位数为9家，详见征求意见稿意见汇总处理表。征求意见范围广泛且具代表性，编制组根据意见对征求意见稿进行修改完善，于2021年7月形成了《第10部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》（送审稿）。

# 二、 标准化文件编制原则

2.1 符合性：本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行了编写。

2.2 合理性：反映当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置。

2.3 先进性：本文件涉及的内容，技术水平不低于当前国内先进水平。

# 三、 标准主要内容的确定依据

硫氰酸盐分光光度法是一直以来各个实验室测定锆及锆合金中钨含量采用的常规方法，其优点是测定准确，结果稳定。然而随着国家快速发展，国内实验室条件的提升，结合现阶段实验室采用的分析方法，经过和多个生产单位及实验室调研，确定增加电感耦合等离子体原子发射光谱法，该方法测定锆中钨含量具有准确、稳定、快速等优点。

## 3.1 修订主要变化

表3 原标准和新标准的比较

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 内容 | 原标准 | 新标准 | 备注（皆指新标准送审稿） |
| 1 | 文件名称 | 《锆及锆合金化学分析方法 第10部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法》 | 《锆及锆合金化学分析方法 第10部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》 | / |
| 2 | 引言 | 无 | 有 | 符合GB/T 1.1—2020的要求 |
| 3 | 仲裁分析方法 | 无 | 规定方法二为仲裁方法， | 详见第1章 范围 |
| 4 | 规范性引用文件 | 无 | 有 | 详见第2章 规范性引用文件 |
| 5 | 术语和定义 | 无 | 有 | 详见第3章 术语和定义 |
| 6 | 实验室用水要求 | “在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室二级水” | “在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合GB/T 6682要求的实验室二级水” | 详见第4.2条和5.2条 |
| 7 | 样品要求 | 无 | 有 | 详见第4.4条和5.4条 |
| 8 | 平行试验 | 无 | 有 | 详见4.5.2条和5.5.2条 |
| 9 | 电感耦合等离子体原子发射光谱法 | 无 | 有 | 详见第5章 |

## 3.2 方法一 硫氰酸盐分光光度法

### 3.2.1 吸收曲线

取100 µg 钨标准溶液按试验方法进行显色，在360 nm～480 nm波长范围内，对显色液溶液吸光度值进行测量，本试验选择于最大吸收波长400 nm处进行测定。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）根据上述测试条件，通过试验证明分光光度法测试钨的最大吸收波长为400 nm。

### 3.2.2 盐酸用量试验

取50 µg 钨标准溶液按方法进行显色，只改变盐酸的用量。由试验结果可见，在4 mL以上时显色液吸光度值最高且保持稳定，所以本实验选择6 mL作为显色酸度。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）通过验证试验表明，盐酸用量为6 mL时，显色液吸光度值相对较高且稳定。

### 3.2.3 硫酸用量试验

取50 µg 钨标准溶液按方法进行试验，只改变硫酸加入量。由试验结果可见，当显色液中含硫酸含量为3 mL～6 mL时吸光度稳定且最高。本方法中加入8 mL硫酸（1+1）进行显色，处理样品时加入10 mL硫酸（1+1）进行溶样，均在显色的酸度适宜范围之内。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）通过验证试验表明上述硫酸用量能满足试验要求。

### 3.2.4 二氯化锡用量试验

取50 µg 钨标准溶液按方法进行试验，只改变二氯化锡（226 g/L）的用量。由试验结果可见，当显色液中二氯化锡含量为2 mL～4 mL时吸光度稳定且最高，所以本法选择加入2 mL二氯化锡溶液。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）通过验证试验表明加入2 mL二氯化锡溶液时，吸光度值最高且能保持稳定。

### 3.2.5 硫氰酸钾用量试验

取50 µg 钨标准溶液按方法进行试验，只改变硫氰酸钾（194 g/L）的用量。由试验结果可见，当显色液中硫氰酸钾含量为2 mL以上时吸光度稳定且最高，所以本法选择加入2.5 mL硫氰酸钾溶液。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）根据上述试验条件在加入2.5 mL硫氰酸钾溶液时吸光度值最高且能保持稳定。

### 3.2.6 水浴加热时间试验

在室温条件下，二氯化锡还原钨的时间需要一个小时以上。采用沸水浴可加速还原进程。由试验结果可见，加热10 min以上时吸光度稳定且最高，所以本实验选择水浴加热10 min。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）采用上述试验条件，选择水浴加热10min时，吸光度值高且稳定。

### 3.2.7 显色时间及显色液稳定性

取50 µg 钨标准溶液按方法进行试验。由试验结果可见，当显色时间达10 min以上时吸光度稳定且最高，所以本实验选择显色时间为10 min。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）采用上述试验条件进行试验，表明显色时间为10min时，吸光度值高且稳定。

### 3.2.8 干扰及消除干扰试验

基体干扰试验：分别取50 µg钨标准溶液，50 µg钨标准溶液和1.0 g金属锆，按照试验方法进行显色，由吸光度数据可见，锆对钒的测定基本无干扰。因此，在配制工作曲线时，无需加入金属锆打底。

共存离子干扰实验：根据锆合金中可能共存元素的含量上限，在50 µg钨标准溶液中分别加入2.4 mg Fe、17 mg Sn、30 mg Nb、0.8 mg Ni、1.5 mg Cr和45 mg Hf，分别测定其吸光度值，结果证明各共存元素均不干扰钒的测定。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）的验证试验证明锆基体对钨元素的测定基本无干扰，无需进行基体匹配，其他共存元素对钨元素的测定亦无影响。

### 3.2.9 精密度试验

现有样品无法形成钨元素的含量梯度。因此，本试验以金属锆（钒含量小于0.001%）为基体，分别加入不同量的W标准溶液制备合成样，并采用拟定的试验方法进行11次独立测定，计算平均值及相对标准偏差，结果见表4。

表4 精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 金属锆量  g | 钨加入量  μg | 测定结果  % | 平均值  % | SD  % | RSD  % |
| 1 | 0.50 | 20 | 0.0039、0.0040、0.0041、0.0042、0.0038、0.0037、0.0041、0.0041、0.0042、0.0038、0.0039 | 0.0040 | 0.00017 | 4.3 |
| 2 | 0.50 | 60 | 0.0122、0.0133、0.0126、0.0138、0.0112、0.0123、0.0110、0.0132、0.0121、0.0126、0.0127 | 0.0125 | 0.00084 | 6.8 |
| 3 | 0.50 | 80 | 0.0165、0.0172、0.0165、0.0163、0.0152、0.0168、0.0161、0.0172、0.0163、0.0161、0.0162 | 0.0164 | 0.00056 | 3.4 |

## 3.3 方法二 电感耦合等离子体原子发射光谱法

### 3.3.1 溶样方法

金属锆熔点高，耐腐蚀性好，但易溶于氢氟酸。分析过程中如仅采用氢氟酸在常温条件下溶解锆及锆合金，在溶解后期，溶液底部常出现黑色不溶物，为难溶的碳化物或氮化物，可以通过滴加硝酸使之完全溶解，保证溶液清亮。通过试验确定采用3 mL氢氟酸（*ρ*=1.13 g/mL）+1 mL硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）即能保证样品完全溶解。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）的验证实验证明采用上述溶样方式，溶解过程平稳，溶解完全，溶解速度较快。

### 3.3.2 谱线选择

按照试验方法配置钨元素的工作曲线溶液，在不同测定波长处进行逐一分析。通过试验分析，按照信噪比高、灵敏度适中、受干扰程度小的原则筛选出了钨元素的推荐谱线为207.912 nm。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）的验证实验证明钨的谱线可推荐207.912 nm。

### 3.3.3 仪器参数

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定过程中的仪器参数主要包括：RF功率、雾化气流量、辅助气流量、等离子气流量、进液泵速、观测高度等。本实验采用的仪器参数见表5。各实验室可根据自身仪器状况进行选择。

表5 仪器测量参数

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| RF功率  W | 雾化气  L/min | 辅助气  L/min | 等离子气  L/min | 进液泵速rpm | 观测高度mm | 读数时间  S | 稳定时间  S |
| 1300 | 0.60 | 0.20 | 12.0 | 15 | 9 | 3 | 30 |

### 3.3.4 干扰试验

进行基体效应试验：分别配制含0.5 g金属锆的工作曲线1以及不含金属锆的工作曲线2，并配制含钨的样品，通过试验可看出，不含金属锆基体检测结果中钨含量明显比含有金属锆基体的检测结果低，这说明锆基体对测定元素的谱线强度有一定影响。为了测定的准确性，在试验中选择锆基体进行匹配，以消除干扰。此外，溶解样品的条件和酸的用量也应尽量保持一致。

共存元素干扰实验：锆合金中常见的存在元素有Fe、Sn、Nb、Ni、Cr、Hf等元素。根据拟定锆合金中各元素的干扰上限，依次向处理好的样品中加入Fe、Sn、Nb、Ni、Cr、Hf单元素标准溶液及所有干扰元素的混合溶液，进行共存元素干扰试验。试验结果表明，各共存元素对钨元素的测定基本无干扰，可以不加考虑。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）的验证试验证明锆基体对钨元素的测定有干扰，需进行基体匹配，其他共存元素则对钨元素的测定无影响。

### 3.3.5 工作曲线和线性分析

将工作曲线溶液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钨元素的发射强度，工作曲线线性相关系数r≥0.999，线性较好，可用于测定。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）根据上述测试条件进行试验，证明在选定波长处钨的工作曲线线性相关性较好。

### 3.3.6 元素检出限和定量下限的确定

测定11次金属锆基体空白溶液，计算标准偏差，以3倍的标准偏差为检出限，以10倍的标准偏差作为定量下限，结果分别为0.00018%和0.00060%，均小于本文件的测定范围下限。

第一验证单位（国标（北京）检验认证有限公司）得到的检出限和定量下限同样可满足方法检测范围的要求。

3.3.7 精密度试验

现有样品无法形成钨元素的含量梯度。因此，本实验以金属锆为基体，分别加入一定量的W标准溶液制备合成样。样1：0.500 g金属锆 + 3.00 mL W标准溶液（10 μg/mL）；样2：0.500 g金属锆 + 8.00 mL W标准溶液（10 μg/mL）；样3：0.500 g金属锆 + 20.00 mL W标准溶液（10 μg/mL）。按标准方法对三个模拟样进行精密度试验。钨元素的测定结果和理论值一致，说明方法准确度较高；RSD较小，表明方法的精密度较好。

表6 模拟样品试验

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 金属锆  g | W加入量μg | 测定结果  % | 平均值  % | SD  % | RSD  % |
| 1 | 0.500 | 30 | 0.0058、0.0057、0.0062、0.0059、0.0061、0.0059、0.0063、0.0058、0.0064、0.0062、0.0060、 | 0.0060 | 0.000228 | 3.8 |
| 2 | 80 | 0.0166、0.0162、0.0156、0.0157、0.0161、0.0158、0.0164、0.0154、0.0166、0.0162、0.0156 | 0.0161 | 0.000721 | 4.5 |
| 3 | 200 | 0.0407、0.0406、0.0404、0.0402、0.0406、0.0402、0.0401、0.0405、0.0406、0.0403、0.0406 | 0.0404 | 0.000206 | 0.5 |

## 3.4 主要实验（或验证）的分析、综述报告

在完成相关条件试验后，各参编单位按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》中关于精密度的要求，对3个样品中钨元素的含量进行了平行测定。在汇总数据后，西安汉唐分析检测有限公司按照GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》，对11家参编单位的试验验证数据进行统计计算，结果见表7和表8。

表7 精密度与重复性计算结果（方法一）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平 | | | | | |
| 1 | | 2 | | 3 | |
| 单元平均值 | 标准偏差 | 单元平均值 | 标准偏差 | 单元平均值 | 标准偏差 |
| 1 | 0.00398 | 0.000172 | 0.0125 | 0.00084 | 0.0164 | 0.00056 |
| 2 | 0.00395 | 0.000254 | 0.0124 | 0.00068 | 0.0160 | 0.00069 |
| 3 | 0.00413 | 0.000168 | 0.0119 | 0.00070 | 0.0160 | 0.00063 |
| 4 | 0.00411 | 0.000255 | 0.0118 | 0.00049 | 0.0163 | 0.00063 |
| 5 | 0.00396 | 0.000211 | 0.0127 | 0.00033 | 0.0166 | 0.00066 |
| 6 | 0.00398 | 0.000133 | 0.0124 | 0.00045 | 0.0165 | 0.00054 |
| 7 | 0.00408 | 0.000289 | 0.0121 | 0.00073 | 0.0166 | 0.00078 |
| 8 | 0.00440 | 0.000436 | 0.0122 | 0.00031 | 0.0162 | 0.00045 |
| 9 | 0.00405 | 0.000144 | 0.0117 | 0.00073 | 0.0164 | 0.00056 |
| 10 | 0.00413 | 0.000135 | 0.0121 | 0.00025 | 0.0162 | 0.00022 |
| 总平均值 | 0.00408 | | 0.01217 | | 0.01631 | |
| 标准偏差 | 0.00013 | | 0.00032 | | 0.00022 | |
| T1 | 0.44857 | | 1.3383 | | 1.7942 | |
| T2 | 0.00183 | | 0.01629 | | 0.02927 | |
| T3 | 110 | | 110 | | 110 | |
| T4 | 1210 | | 1210 | | 1210 | |
| T5 | 0.000006 | | 0.000034 | | 0.000035 | |
| Sr2 | 0.000000 | | 0.000000 | | 0.000000 | |
| SL2 | 0.000000 | | 0.000000 | | 0.000000 | |
| SR2 | 0.000000 | | 0.000000 | | 0.000000 | |
| Sr | 0.000237 | | 0.000587 | | 0.000591 | |
| SR | 0.000262 | | 0.000645 | | 0.000605 | |
| r | 0.000664 | | 0.001644 | | 0.001655 | |
| R | 0.000733 | | 0.001805 | | 0.001694 | |

表8 精密度与重复性计算结果（方法二）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平 | | | | | |
| 1 | | 2 | | 3 | |
| 单元平均值 | 标准偏差 | 单元平均值 | 标准偏差 | 单元平均值 | 标准偏差 |
| 1 | 0.00603 | 0.000228 | 0.0160 | 0.00042 | 0.0404 | 0.00021 |
| 2 | 0.00607 | 0.000127 | 0.0164 | 0.00043 | 0.0405 | 0.00037 |
| 3 | 0.00581 | 0.000158 | 0.0163 | 0.00090 | 0.0399 | 0.00052 |
| 4 | 0.00583 | 0.000168 | 0.0157 | 0.00027 | 0.0405 | 0.00056 |
| 5 | 0.00586 | 0.000448 | 0.0159 | 0.00045 | 0.0400 | 0.00050 |
| 6 | 0.00605 | 0.000175 | 0.0161 | 0.00028 | 0.0404 | 0.00022 |
| 7 | 0.00585 | 0.000277 | 0.0167 | 0.00063 | 0.0405 | 0.00090 |
| 8 | 0.00607 | 0.000168 | 0.0164 | 0.00035 | 0.0406 | 0.00034 |
| 9 | 0.00615 | 0.000137 | 0.0161 | 0.00017 | 0.0400 | 0.00035 |
| 10 | 0.00539 | 0.000202 | 0.0170 | 0.00046 | 0.0439 | 0.00075 |
| 11 | 0.00609 | 0.000145 | 0.0159 | 0.00015 | 0.0399 | 0.00051 |
| 总平均值 | 0.00593 | | 0.01623 | | 0.04060 | |
| 标准偏差 | 0.00021 | | 0.00038 | | 0.00113 | |
| T1 | 0.7172 | | 1.9641 | | 4.9121 | |
| T2 | 0.00426 | | 0.03190 | | 0.19955 | |
| T3 | 121 | | 121 | | 121 | |
| T4 | 1331 | | 1331 | | 1331 | |
| T5 | 0.000005 | | 0.000023 | | 0.000029 | |
| Sr2 | 0.000000 | | 0.000000 | | 0.000000 | |
| SL2 | 0.000000 | | 0.000000 | | 0.000001 | |
| SR2 | 0.000000 | | 0.000000 | | 0.000002 | |
| Sr | 0.000221 | | 0.000458 | | 0.000516 | |
| SR | 0.000301 | | 0.000581 | | 0.001228 | |
| r | 0.000619 | | 0.001284 | | 0.001445 | |
| R | 0.000843 | | 0.001627 | | 0.003438 | |

# 四、 标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

# 五、 预期达到的社会效益等情况

## 5.1 标准的必要性

锆是一种熔点较高的稀有金属，锆合金是以锆为基体加入其他元素而构成的有色合金。锆及锆合金由于具有优异的耐蚀性能、适中的力学性能、较低的原子热中子吸收截面等优点，广泛应用于核电、航空航天、化工、轻工、电力、制药、纺织、机械、石油化工等领域，我国作为锆的生产、消费大国，对锆行业的发展起着举足轻重的作用。

近年来由于我国化工行业及核电行业的蓬勃发展，促进了锆加工产业的快速发展，原本实施了20多年的锆合金化学检测方法（GB/T 13747—1992）已无法满足锆产业的发展需求。锆及锆合金中钨量测试GB/T 13747.10—1992亦是如此，原标准文件中采用的硫氰酸盐分光光度法由于具有操作简便、成本低等优点。而电感耦合等离子体原子发射光度法具有分析速度快、测定范围宽、灵敏度高、能够实现多元素同时分析测定等特点，应用范围日趋广泛。

## 5.2 标准的预期作用

标准充分考虑了我国锆及锆合金生产企业和使用加工企业的生产工艺技术水平。根据实际需求进行了大量相关实验，最终形成了本标准。本标准操作简便、快速，分析结果准确、可靠，代表了我国在锆合金检测领域的最高水平。本标准颁布执行后，有利于生产采用统一的分析方法开展产品质量检验工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

# 六、 采用国际标准和国外先进标准的情况

## 6.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经查，国外无相同类型的国际标准。

## 6.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经查，国外无相同类型的国际标准。

## 6.3 与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无。

## 6.4 标准水平分析

本标准的建立提升了检测效率，有利于生产单位生产效率的提高，标准总体达到了国内先进水平。

# 七、 与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

本文件与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

# 八、 重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

# 九、 标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议该标准为行业标准，供相关组织参考采用。

# 十、 贯彻标准的要求和措施建议

本文件规范了锆及锆合金中钨元素的测定，有利用整个行业分析水平的提升。本文件发布执行后，建议标准主管单位积极向生产厂家及国内外用户推广。

# 十一、 废止现行有关标准的建议

新标准实施后，建议代替GB/T 13747.10—1992。

# 十二、 其他应予说明的事项

起草单位变更说明：西安汉唐分析检测有限公司是由西北有色金属研究院和西部金属材料股份有限公司两家企业的分析检测部门联合成立，成立日期为2018年8月20日。我公司成立后，原有两家单位不保留检测业务和人员设备。本文件的制定人员均已划拨到西安汉唐分析检测有限公司。为更好的完成文件起草工作，便于文件的后续推广以及其他使用单位咨询标准相关内容，特将本文件制定工作单位由西部金属材料股份有限公司更改为西安汉唐分析检测有限公司。

《锆及锆合金化学分析方法》编制组

2021年7月