



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.21—202×  
代替GB/T 13747.21—2017

## 锆及锆合金化学分析方法 第21部分：氢含量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—  
Part 21: Determination of hydrogen content—  
Inert gas fusion-infrared absorption or thermal conductivity method

(送审稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会

发布



## 前 言

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》的规定起草。

本文件是GB/T 13747《铅及铅合金化学分析方法》的第21部分。GB/T 13747已经发布了以下部分：

- 第1部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法和苯基荧光铜-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法；
- 第2部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第4部分：铬量的测定 二苯卡巴肼分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第5部分：铝量的测定 铬天青S-氯化十四烷基吡啶分光光度法；
- 第6部分：铜量的测定 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第7部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第8部分：钴量的测定 亚硝基R盐分光光度法；
- 第9部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第10部分：钨含量的测定 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；
- 第11部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第12部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第13部分：铅铀和镉含量的测定 极谱法；
- 第15部分：硼量的测定 姜黄素分光光度法；
- 第16部分：氯量的测定 氯化银浊度法和离子选择性电极法；
- 第18部分：钒含量的测定 苯甲酰苯基羟胺分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第19部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第20部分：钪量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第21部分：氢含量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第22部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第23部分：氮量的测定 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法；
- 第24部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第25部分：铈量的测定 5-Br-PADAP分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第27部分：痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分代替GB/T 13747.21—2017《铅及铅合金化学分析方法 第21部分：氢量的测定惰气熔融红外吸收法/热导法》，与GB/T 13747.21—2017相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了“引言”（见引言）；
- b) 修改了测定范围“0.0005%~0.010%”为“0.0002%~0.013%”（见第1章，2017年版的第1章）；
- c) 修改“2 方法提要”中“锡助熔剂”为“4 原理”中“助熔剂”（见第4章，2017年版的第2章）；
- d) 修改“3.1 丙酮或其他试剂。”为“丙酮、无水乙醇或者其他清洗试剂。”（见第5章，2017年版的第3章）；
- e) 修改“3.3 锡助熔剂”为“5.3 助熔剂”（见第5章，2017年版的第3章）；

GB/T 13747.21—20××

f) 修改“3.9 标准物质/样品:选择与试料成分,氢含量相近的标准物质或其他适用标准物质/样品。”为“5.9 标准物质/样品:选择锆或钛中氢标准物质/样品。”(见第5章,2017年版的第3章);

g) 修改“6.6.2”中“将试料(6.6.1)和锡助熔剂(3.3)加入加样器(助熔剂与试料质量比不小于5:1),并将空石墨坩埚(3.2)放置在下电极上”为“8.5”中“试料(8.4)和助熔剂(5.3)在石墨坩埚内(助熔剂与试料质量比不小于2:1)”(见第8章,2017年版的第6章);

h) 修改“7.2 允许差”为“9.2 再现性”(见第9章,2017年版的第7章);

i) 增加了“附录A”。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本文件起草单位:西安汉唐分析检测有限公司、西安西部新锆科技股份有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、宝鸡钛业股份有限公司实验中心、广东省科学院工业分析检测中心、陕西有色榆林新材料集团有限责任公司、西北有色金属研究院。

本文件主要起草人:杨军红、王宽、高东旭、李维敏、刘蛟、赵丽春、王长华、康燕、庄艾春、谢明明、崔昌兴。

本文件及所代替文件的历次版本发布情况为:

——1992年首次发布GB/T 13747.21—1992。

——2017年第一次修订GB/T 13747.21—2017。

——本次为第二次修订。

# 引 言

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、机械和石油化工等领域。GB/T 13747 旨在通过实验研究建立一套完整且切实可行的锆及锆合金化学成分分析方法标准，拟由二十七部分组成。

- 第1部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法和苯基荧光铜-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法；
- 第2部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第4部分：铬量的测定 二苯卡巴肼分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第5部分：铝量的测定 铬天青S-氯化十四烷基吡啶分光光度法；
- 第6部分：铜量的测定 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第7部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第8部分：钴量的测定 亚硝基R盐分光光度法；
- 第9部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第10部分：钨含量的测定 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；
- 第11部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第12部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第13部分：铅铀和镉含量的测定 极谱法；
- 第15部分：硼量的测定 姜黄素分光光度法；
- 第16部分：氯量的测定 氯化银浊度法和离子选择性电极法；
- 第18部分：钒含量的测定 苯甲酰苯基羟胺分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第19部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第20部分：铅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第21部分：氢含量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第22部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第23部分：氮量的测定 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法；
- 第24部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第25部分：铈量的测定 5-Br-PADAP分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第26部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第27部分：痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件完善了锆及锆合金的生产产业链，对提高锆及锆合金产品质量、扩大应用领域和开拓产品市场具有重要意义。



# 锆及锆合金化学分析方法

## 第 21 部分：氢含量的测定

### 惰气熔融红外吸收法/热导法

#### 1 范围

本文件描述了锆及锆合金中氢含量的测定方法。

本文件适用于海绵锆、锆及锆合金中氢含量的测定。测定范围：0.0002%~0.013 %。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

试料加入助熔剂，置于石墨坩埚中，在惰性气氛下加热熔化，氢以分子态释放并进入载气流中。氢分子与释放出的其他气体（如一氧化碳等）分离后在热导池中检测；或氢分子随载气流通过热的氧化铜后转化为水，在特定的红外池中检测。检测器输出信号，计算机系统根据样品质量计算氢含量，结果以质量分数显示。

#### 5 试剂或材料

- 5.1 丙酮、无水乙醇或者其他清洗试剂。
- 5.2 石墨坩埚。
- 5.3 助熔剂：锡（ $w_H \leq 0.0001\%$ ）或镍（ $w_H \leq 0.0001\%$ ）。
- 5.4 载气：氩气或氦气（体积分数 $\geq 99.99\%$ ）。
- 5.5 动力气：无油压缩空气或氮气等。
- 5.6 标准物质/标准样品：选择锆或钛中氢标准物质/标准样品。

#### 6 仪器设备

惰性气体熔融-红外/热导检测系统（包括电极炉、吸尘装置、载气净化及分析气体转化系统、红外

GB/T 13747.21—20××  
检测器或者热导检测器、计算机及软件控制系统)。

7 样品

- 7.1 将试样机械加工成 0.05 g~0.30 g 的块状或柱状样品，经丙酮、无水乙醇或者其他清洗试剂 (5.1) 清洗，取出后冷风吹干。
- 7.2 处理好的试样在分析检测前不能有任何污染，检测过程中应使用干净的镊子进行夹取。

8 试验步骤

8.1 仪器准备

按仪器制造商的要求装配所有部件，连接电源、载气 (5.4)、动力气 (5.5)。按要求开启水、电、气等外围辅助设施，仪器预热至各项参数达到仪器制造商要求。

8.2 空白试验

空白值包括石墨坩埚 (5.2) 和助熔剂 (5.3) 的空白。平行测定 3~5 次，取平均值，然后进行空白补偿。空白值不大于 0.00010%，极差不大于 0.00005%。

8.3 仪器校准

平行测试 3~5 个标准物质/标准样品 (5.6)，计算这些结果的平均值，进行仪器校准。平均值应与标准值相符，单个标样的测定值不能超出标准物质证书给定的不确定度范围。

8.4 试料

称取 0.05 g~0.30 g 样品 (7)，精确至 0.0001 g。

8.5 测定

试料 (8.4) 和助熔剂 (5.3) 在石墨坩埚内 (助熔剂与试料质量比不小于 2:1)，进行样品分析，仪器根据所输入的称样量自动计算，直接显示样品中的氢含量。

数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

9 精密度

9.1 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 1 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 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

|          |        |        |       |
|----------|--------|--------|-------|
| $W_H/\%$ | 0.0002 | 0.0026 | 0.013 |
| $r/\%$   | 0.0001 | 0.0006 | 0.002 |

9.2 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 2 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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

|                         |        |        |       |
|-------------------------|--------|--------|-------|
| <i>w<sub>H</sub></i> /% | 0.0002 | 0.0026 | 0.013 |
| <i>R</i> /%             | 0.0002 | 0.0009 | 0.003 |

10 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；
- 本文件编号；
- 结果；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A  
(资料性)  
精密度试验原始数据

精密度数据由 6 家实验室对氢含量的 3 个不同水平进行共同测定。每个实验室对每个水平的氢含量在重复性条件下独立测定 7 次。测定的原始数据见表 A.1。

A.1 精密度试验原始数据

| 实验室 | 水平数 | n      |        |        |        |        |        |        |
|-----|-----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|     |     | 1      | 2      | 3      | 4      | 5      | 6      | 7      |
| 1   | 1   | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 |
|     | 2   | 0.0026 | 0.0027 | 0.0026 | 0.0025 | 0.0026 | 0.0027 | 0.0026 |
|     | 3   | 0.013  | 0.013  | 0.013  | 0.012  | 0.013  | 0.013  | 0.014  |
| 2   | 1   | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 |
|     | 2   | 0.0026 | 0.0025 | 0.0026 | 0.0029 | 0.0027 | 0.0025 | 0.0027 |
|     | 3   | 0.013  | 0.013  | 0.013  | 0.013  | 0.014  | 0.013  | 0.013  |
| 3   | 1   | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 |
|     | 2   | 0.0025 | 0.0031 | 0.0028 | 0.0027 | 0.0025 | 0.0028 | 0.0032 |
|     | 3   | 0.013  | 0.014  | 0.014  | 0.014  | 0.014  | 0.013  | 0.014  |
| 4   | 1   | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 |
|     | 2   | 0.0022 | 0.0025 | 0.0025 | 0.0024 | 0.0025 | 0.0026 | 0.0026 |
|     | 3   | 0.012  | 0.012  | 0.012  | 0.013  | 0.012  | 0.013  | 0.012  |
| 5   | 1   | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 |
|     | 2   | 0.0028 | 0.0029 | 0.0025 | 0.0023 | 0.0024 | 0.0025 | 0.0024 |
|     | 3   | 0.013  | 0.014  | 0.015  | 0.014  | 0.013  | 0.013  | 0.015  |
| 6   | 1   | 0.0001 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0001 |
|     | 2   | 0.0032 | 0.0032 | 0.0031 | 0.0034 | 0.0029 | 0.0034 | 0.0028 |
|     | 3   | 0.012  | 0.011  | 0.012  | 0.012  | 0.012  | 0.012  | 0.012  |