



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.21—2017
代替 GB/T 13747.21—1992

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

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

2017-09-29 发布

2018-04-01 实施

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

前 言

GB/T 13747《铅及铅合金化学分析方法》拟分为 27 部分：

- 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法和苯基荧光酮-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：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 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：铅量的测定 极谱法；
- 第 14 部分：铀量的测定 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 17 部分：镉量的测定 极谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 苯甲酰苯基羟胺分光光度法；
- 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。

本部分为 GB/T 13747 的第 21 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 13747.21—1992《铅及铅合金化学分析方法 真空加热气相色谱法测定氢量》。

本部分与 GB/T 13747.21—1992 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 删除了“引用标准”(1992 年版的第 2 章)；
- 惰性气体熔融红外吸收法/热导法测定范围由 0.001 0%~0.030%修改为 0.000 5%~0.010% (见第 1 章,1992 年版的第 1 章)；
- 测定方法由“真空加热气相色谱法”改为“惰性气体熔融红外吸收法/热导法”；
- 将允许差改为精密度条款(见第 7 章,1992 年版的第 8 章)；

GB/T 13747.21—2017

——增加了试验报告(见第8章)。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:西北有色金属研究院、国核宝钛锆业股份公司、西部新锆核材料科技有限公司、西部金属材料股份有限公司、宝钛集团有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、金堆城钼业股份有限公司。

本部分主要起草人:梁清华、李波、王宽、周恺、郑伟、赵旭东、于海慧、惠泊宁、刘建斌、孙海峰、李震乾、谢明明、焦永刚、翟通德、周海收、刘延波、周军。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13747.21—1992。

锆及锆合金化学分析方法

第 21 部分:氢量的测定

惰气熔融红外吸收法/热导法

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中氢量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中氢量的测定。测定范围:0.000 5%~0.010%。

2 方法提要

试料加入锡助熔剂,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。

3 试剂和材料

- 3.1 丙酮或者其他试剂。
- 3.2 石墨坩埚。
- 3.3 锡助熔剂。
- 3.4 无水高氯酸镁。
- 3.5 碱石棉。
- 3.6 稀土氧化铜。
- 3.7 纯铜丝。
- 3.8 氩气或氦气(体积分数 $\geq 99.99\%$)。
- 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。

4 仪器装置

惰气熔融红外/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、红外检测器或者热导检测器、电脑及软件控制系统)。

5 试样

- 5.1 将试样机械加工成 0.05 g~0.30 g 的块状或柱状样品,经丙酮或者其他试剂(3.1)清洗,取出后冷风吹干。
- 5.2 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。