



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.22—92

锆及锆合金化学分析方法 惰气熔融库仑法测定氧量

*Zirconium and zirconium alloys
—Determination of oxygen content—Inert
gas fusion coulometric method*

1992-11-05 发布

1993-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 惰气熔融库仑法测定氧量

GB/T 13747.22—92

Zirconium and zirconium alloys —Determination of oxygen content—Inert gas fusion coulometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中氧含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中氧含量的测定。测定范围:0.05%~0.50%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

在氩载气流里,试料中的氧在高温石墨坩埚中与碳反应生成一氧化碳,通过加热的五氧化二碘生成二氧化碳,进入已设定 pH 值的高氯酸钡溶液被吸收,产生的氢离子使溶液的 pH 值下降。通过电解、使溶液的 pH 值恢复至原设定值。根据电解时所消耗的电量计算其氧量。

4 试剂与材料

4.1 镍(99.99%),丝状或片状。

4.2 锡粒。

4.3 镍囊(99.99%),约 300mg。

4.4 碳酸钡。

4.5 五氧化二碘,颗粒状。

4.6 氩气净化用材料与试剂:五氧化二磷、海绵钛粒($\phi 2\text{mm}$ 左右)、硫代硫酸钠、玻璃棉。

4.7 石墨粉,光谱纯。

4.8 石墨坩埚。

4.9 氩气(99.99%)。

4.10 清洗液:硝酸(1+8)与氢氟酸(1+23)等体积混匀。

4.11 吸收池溶液:称取 50g 高氯酸钡 $[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 置于 500mL 烧杯中,加入 300mL 水,搅拌溶解后移入 1000mL 容量瓶中,加入 20mL 异丙醇,用水稀释至刻度,混匀。

4.12 阳极池溶液:称取 150~200g 高氯酸钡 $[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 置于 500mL 烧杯中,加入 300mL 水,搅拌溶解后移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.13 参考池溶液:移取 100mL 吸收池溶液(4.11)于 300mL 烧杯中,加入 3g 氯化钠,搅拌溶解。

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施