



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.27—2020

锆及锆合金化学分析方法 第 27 部分：痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 27: Determination of trace impurities content—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

2020-03-06 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 13747《铅及铅合金化学分析方法》拟分为 27 个部分：

- 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 二苯卡巴肟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 27 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：西安汉唐分析检测有限公司、宝钛集团有限公司、广东省工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、有研亿金新材料有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、国标(北京)检验认证有限公司。

本部分主要起草人：王金磊、马晓敏、刘婷、李剑、孙宝莲、罗琳、王津、刘春峰、刘朝方、庞欣、吕超、汪澜、李刚、孙海峰、李满芝。

锆及锆合金化学分析方法

第 27 部分:痕量杂质元素的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中硼、镁、铝、钛、钒、铬、锰、钴、镍、铜、钼、锡、铪、钨、铅和铀含量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中硼、镁、铝、钛、钒、铬、锰、钴、镍、铜、钼、锡、铪、钨、铅和铀含量的测定。测定范围:0.000 05%~0.010%。与 GB/T 13747 其他部分测定范围重叠时,以其他部分的方法为仲裁方法。

2 原理

试料用硝酸和氢氟酸溶解,以铈内标进行校正,用电感耦合等离子体质谱仪直接测定,按工作曲线法计算各元素的质量浓度,以质量分数表示测定结果。

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一级水。

3.1 氢氟酸($\rho=1.13$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 硼、镁、铝、钛、钒、铬、锰、钴、镍、铜、钼、锡、铪、钨、铅、铀和铈单元素标准贮存溶液(国家标准样品/国家标准物质),质量浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

3.4 混合标准溶液 A:分别移取 1.00 mL 各元素标准贮存溶液(铈元素除外)(3.3)于 100 mL 塑料容量瓶中,补加 2 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含硼、镁、铝、钛、钒、铬、锰、钴、镍、铜、钼、锡、铪、钨、铅、和铀各 10 μg 。

3.5 混合标准溶液 B:移取 10.00 mL 混合标准溶液 A(3.4)于 100 mL 塑料容量瓶中,补加 2 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含硼、镁、铝、钛、钒、铬、锰、钴、镍、铜、钼、锡、铪、钨、铅和铀各 1 μg ,用时现配。

3.6 铈内标溶液:移取 1.00 mL 铈元素标准贮存溶液(3.3)于 1 000 mL 塑料容量瓶中,补加 2 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铈。

3.7 液氩或高纯氩气(纯度 $\geq 99.99\%$)。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体质谱仪:质量分辨率优于 0.8 u \pm 0.1 u(在 10%峰高处);配备耐氢氟酸进样系统;配备能够消除干扰离子如 $^{38}\text{Ar}^1\text{H}^+$ 、 $^{40}\text{Ar}^+$ 和 $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$ 等的部件。

4.2 各元素测定同位素见表 1。