



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.22—2017
代替 GB/T 13747.22—1992

锆及锆合金化学分析方法 第 22 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—
Part 22: Determination of oxygen and nitrogen contents—
Inert gas fusion-infrared absorption and 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：钡量的测定 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 22 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 13747.22—1992《铅及铅合金化学分析方法 惰气熔融库仑法测定氧量》。本部分与 GB/T 13747.22—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)；
- 氧的测定方法由“惰气熔融库仑滴定法”改为“惰性气体熔融红外吸收法”；
- 增加氮的测定方法“惰性气体熔融热导法”；
- 采用了铅及铅合金中氧、氮同时测定的方法；
- 惰性气体熔融红外吸收法/热导法氧的测定范围由“0.05%~0.50%”调整为“0.010%~

0.50%”；氮的测定范围为 0.002%~0.020% (见第 1 章, 1992 年版的第 1 章)；

——将允许差改为精密度条款 (见第 7 章, 1992 年版的第 8 章)；

——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、西部金属材料股份有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、国标 (北京) 检验认证有限公司、宝钛集团有限公司、广东省工业分析检测中心、金堆城铝业股份有限公司、国核宝钛锆业股份公司。

本部分主要起草人：王宽、梁清华、周恺、李波、郑伟、赵飞、惠泊宁、周海收、杨维维、庄艾春、谢明明、焦永刚、周军、付鹏飞、孙海峰、王津、刘延波、任忆琪。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13747.22—1992。

锆及锆合金化学分析方法

第 22 部分:氧量和氮量的测定

惰气熔融红外吸收法/热导法

1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中氧量和氮量的测定方法。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中氧量和氮量的测定。测定范围:氧 0.010%~0.50%;氮 0.002%~0.020%。

2 方法提要

将试料与助熔剂加入石墨坩埚,在惰性气体(氦气)保护下加热熔融,其中氧与坩埚中碳结合形成 CO 和少量 CO₂,氮以 N₂ 形式释放。混合气体被载气载带进入红外检测器,CO 或直接检测或被转化为 CO₂ 后被检测,CO₂ 直接检测,检测器输出信号,计算系统根据样品质量计算氧含量,结果以质量分数显示。气路中的 CO、CO₂ 均以 CO₂ 形式被吸收分离,剩余氮气随载气(氦气)进入热导检测器,检测器输出信号,计算系统根据样品质量计算氮含量,结果以质量分数显示。

3 试剂和材料

- 3.1 丙酮或者其他有机试剂。
- 3.2 石墨坩埚。
- 3.3 镍篮。
- 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 氦气(体积分数 $\geq 99.99\%$)。
- 3.9 酸洗液:硝酸(1+8)与氢氟酸(1+32)等体积混匀。
- 3.10 标准物质/样品:选择与试料成分,氧、氮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、一氧化碳红外检测器和二氧化碳红外检测器、氮热导检测器、电脑及软件控制系统)。

5 试样

- 5.1 按照 a)或 b)方法处理试样表面: