

T/HEBQIA

团 体 标 准

T/HEBQIA XXXX—2024

铪锭

Hafnium ingot

（征求意见稿）

2024 - XX - XX 发布

2024 - XX - XX 实施

河北省质量信息协会 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 技术要求 1

5 试验方法 2

6 检验规则 3

7 标签、包装、运输、贮存 4

附录 A （规范性） 铅、铝、硼、铋、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、镍、铅、硅、锡、钛、钨量的测定 电感耦合等离子体质谱法 5

附录 B （规范性） 锆量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法 9

附录 C （规范性） 氧、氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法 12

附录 D （规范性） 碳量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法 15

附录 E （规范性） 氢量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法 18

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。

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。

本文件由河北睿阳稀有金属制品有限公司提出。

本文件由河北省质量信息协会归口。

本文件起草单位：河北睿阳稀有金属制品有限公司、北京金铂宇金属科技有限公司、XX。

本文件主要起草人：XX、XX、XX、XX、XX、XX。

钪锭

1 范围

本文件规定了钪锭的技术要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于以海绵钪或晶条钪为原材料，通过两次电子束熔炼方式制得的钪锭。可用于制取光学与半导体镀膜材料、等离子切割电极的等离子发射体和耐高温合金等。

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 2828.1—2012 计数抽样检验程序 第1部分：按接收质量限（AQL）检索的逐批检验抽样计划

GB/T 4162—2022 锻轧钢棒超声检测方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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 技术要求

4.1 外形尺寸

产品外形为圆柱形，直径为90 mm～160 mm，长度为300 mm～1300 mm。需方对外观尺寸有特殊要求的，可由供需双方商定，并在订货合同（订货单）中注明。

4.2 化学成分

产品化学成分应符合表1的规定。需方对化学成分有特殊要求的，可由供需双方商定，并在订货合同（订货单）中注明。

表 1 化学成分

化学成分		产品品级			
		优等品	一等品	二等品	合格品
主要成分/（%）≥	Hf+Zr	99.95	99.95	99.95	99.90
杂质含量/（%）≤	Zr	0.3	0.3～0.5	0.5～1.0	1.0～2.5
	Al	0.001	0.001	0.001	0.003

表 1 化学成分（续）

化学成分		产品品级			
		优等品	一等品	二等品	合格品
杂质含量/（%）≤	B	0.0005	0.0005	0.0005	0.001
	Bi	0.0005	0.0005	0.0005	0.001
	Cd	0.0005	0.0005	0.0005	0.001
	Co	0.001	0.001	0.001	0.003
	Cr	0.001	0.001	0.001	0.002
	Cu	0.001	0.001	0.001	0.003
	Fe	0.002	0.005	0.01	0.02
	Mg	0.001	0.001	0.001	0.002
	Mn	0.001	0.001	0.001	0.001
	Mo	0.001	0.001	0.001	0.002
	Ni	0.001	0.001	0.001	0.003
	Pb	0.0005	0.001	0.001	0.002
	Si	0.001	0.001	0.001	0.005
	Sn	0.0005	0.001	0.001	0.003
	Ti	0.001	0.001	0.001	0.003
	W	0.001	0.001	0.001	0.003
	C	0.005	0.005	0.007	0.01
	H	0.002	0.002	0.002	0.005
	O	0.015	0.015	0.05	0.07
	N	0.005	0.005	0.007	0.01

4.3 内部质量

内部质量采用超声波探伤，质量等级宜达到GB/T 4162—2022中规定的AA级。需方如对内部质量有特殊要求时，可由供需双方商定，并在订货合同（订货单）中注明。

4.4 外观质量

产品表面应光洁，不应有分层、夹杂、氧化、酸斑、沾污和颗粒附加物等宏观缺陷。需方如对外观质量有特殊要求时，可由供需双方商定，并在订货合同（订货单）中注明。

5 试验方法

5.1 外形尺寸

直径采用游标卡尺测量，长度采用钢卷尺测量。

5.2 化学成分

产品化学成分应按表2所列的方法进行分析测定。需方如对化学成分测定方法有特殊要求时，可由供需双方商定，并在订货合同（订货单）中注明。

表 2 分析测定方法

化学成分	分析测定方法
钎、铝、硼、铋、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、镍、铅、硅、锡、钛、钨	按附录A规定的试验方法执行
锆	按附录B规定的试验方法执行
氧、氮	按附录C规定的试验方法执行
碳	按附录D规定的试验方法执行
氢	按附录E规定的试验方法执行

5.3 内部质量

超声波探伤检验应按GB/T 4162—2022规定的试验方法执行。需方如对内部质量测定方法有特殊要求时，可由供需双方商定，并在订货合同（订货单）中注明。

5.4 外观质量

外观质量采用目视检查。

6 检验规则

6.1 检查和验收

- 6.1.1 产品应由供方检验部门进行检查，保证产品质量符合本文件或订货合同（订货单）的规定，并填写合格证书或质量证明书。
- 6.1.2 需方应对收到的产品按本文件的规定进行复验。如复验结果与本文件的规定不符时，应在收到产品之日起3个月内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样应由供需双方共同进行。

6.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一批原料、同一炉次、同一规格的产品组成。

6.3 检验项目及取样

检验项目及取样应符合表3的规定。每批产品出厂前应进行外形尺寸、化学成分、内部质量和外部质量的检测。

表 3 检验项目及取样

检验项目	取样方式	取样数量	要求的章条号	检验的章条号
外形尺寸	逐锭	逐锭	4.1	5.1
化学成分	在电子束二次熔炼铸锭帽口、缩孔下100 mm处切除，剩余铸锭在上、下部分进行取样，每锭取样点不少于2个	逐锭	4.2	5.2
内部质量	成品随机取样	按GB 2828.1—2012中S-1，AQL=1.5规定取样数量	4.3	5.3
外观质量	逐锭	逐锭	4.4	5.4

6.4 判定规则

- 6.4.1 所验项目全部合格，判定为该批次产品合格。
- 6.4.2 外形尺寸和外观质量检验结果不合格，则判定该锭产品不合格。
- 6.4.3 化学成分和内部质量检验结果不合格时，可从同一批产品中加倍取样，对不合格项目进行复检，如复检结果仍不合格，则判定该批产品不合格。

7 标签、包装、运输、贮存

7.1 标签

- 7.1.1 在已检验合格的每批产品上应有清晰、明显、牢固的标志，其内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 产品主要成分含量；
- c) 产品规格；
- d) 产品数量；
- e) 批号；
- f) 生产日期；
- g) 供方名称、地址和电话。

- 7.1.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书，其内容包括：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称；
- c) 产品主要成分含量；
- h) 产品规格；
- d) 产品数量；
- e) 生产日期和批号；
- f) 产品质量检验结果或检验结论；
- g) 本文件编号。

7.2 包装、运输、贮存

- 7.2.1 产品可采用塑料袋包装，需方对包装有特殊要求的，可由供需双方商定。产品应在清洁、干燥的环境中包装和贮存。
- 7.2.2 产品运输过程中应防止碰伤、擦伤，不得损坏和沾污产品，并保证运输过程中产品完整。
- 7.2.3 产品应贮存于干燥、通风、无腐蚀性气体的仓库中，不得与酸、碱、油类和化学品混贮。

附 录 A

(规范性)

铈、铝、硼、铋、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、镍、铅、硅、锡、钛、钨量的测定
电感耦合等离子体质谱法

A.1 原理

试料用硝酸、氢氟酸分解，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。以内标法校正仪器漂移和基体效应对测定的影响。

A.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。所用超纯水25℃时电阻率在18 M·cm以上。

A.2.1 硝酸 ($\rho=1.42\text{ g/mL}$)，MOS级。

A.2.2 氢氟酸 ($\rho=1.13\text{ g/mL}$)，MOS级。

A.2.3 标准贮存液：铈、铝、硼、铋、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、镍、铅、硅、锡、钛、钨、铑采用有效期内证书的单元标准贮存溶液，质量浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.2.4 混合标准溶液A：分别移取1.00 mL铝、硼、铋、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、镍、铅、锡标准贮存液(A.2.3)于1000 mL容量瓶中，加入50 mL硝酸(A.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含1 μg 铝、硼、铋、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、钼、镍、铅、锡。

A.2.5 混合标准溶液B：分别移取1.00 mL铈、钼、硅、钛、钨标准贮存液(A.2.3)于1000 mL容量瓶中，加入50 mL硝酸(A.2.1)和氢氟酸(A.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含1 μg 铈、钼、硅、钛、钨。

A.2.6 铈内标溶液：移取1.00 mL铈标准贮存液(A.2.3)于1000 mL容量瓶中，加入50 mL硝酸(A.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含1 μg 铈。

A.3 仪器设备

A.3.1 微波消解装置。

A.3.2 电感耦合等离子体质谱仪：配备耐氢氟酸进样系统及碰撞反应池系统。在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标者均可使用：

——质量分辨率不大于 $0.8\text{ u}\pm 0.1\text{ u}$ ；

——精密性：10 ng/mL 的铈标准溶液连续测量 10 次，信号强度的相对标准偏差不超过 5%。

A.3.3 聚四氟乙烯烧杯：100 mL。

A.3.4 电子天平：分度值为0.0001 g。

A.4 样品

将铈样品制成屑状，用硝酸煮沸清洗表面，贮存于阴凉、干燥处。

A.5 试验步骤

A. 5. 1 试料

称取0.10 g样品，精确至0.0001 g。

A. 5. 2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

A. 5. 3 空白试验

随同试料做空白试验。

A. 5. 4 分析试液的制备

将试料（A.5.1）置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入1 mL硝酸（A.2.1）和0.5 mL氢氟酸（A.2.2），微波辅助消解直至样品完全溶解，取下冷却。用少量水吹洗杯壁，将溶液移入100 mL塑料容量瓶中，加入1 mL铯内标溶液（A.2.6），用水稀释至刻度，混匀。

A. 5. 5 系列标准溶液的制备

分别移取混合标准溶液A（A.2.4）和混合标准溶液B（A.2.5）各0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL，置于一系列100 mL塑料容量瓶中，补加1 mL硝酸（A.2.1）和0.5 mL氢氟酸（A.2.2），用水稀释至刻度，混匀。

A. 5. 6 测定

A. 5. 6. 1 校准仪器，并建立数据采集方案。该方案包括但不限于：选择测定模式、输入干扰方程、选择待测元素同位素（推荐质量数见表A.1）、设定积分时间等。

表 A. 1 各元素推荐质量数

元素	同位素质量数	元素	同位素质量数
Hf	178	Mg	24
Al	27	Mn	55
B	11	Mo	95.94
Bi	209	Ni	60
Cd	112.41	Pb	208
Co	59	Si	28
Cr	52	Sn	118
Cu	63	Ti	48
Fe	56	W	184

A. 5. 6. 2 由低浓度到高浓度依次测定系列标准溶液（A.5.5）。以待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素与铯内标元素信号强度的比值为纵坐标，绘制标准工作曲线。各元素工作曲线线性相关系数应≥0.999。

A. 5. 6. 3 依次测定空白溶液（A.5.3）及分析试液（A.5.4），软件自动进行数据处理，计算并输出空白溶液及分析试液中各杂质元素的质量浓度。

A. 6 试验数据处理

A.6.1 各元素含量以质量分数 w_x 计，按式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_x ——分析试液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

ρ_0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V ——溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量，单位为克（g）。

A.6.2 当质量分数 $<0.0010\%$ 时，计算结果保留一位有效数字；当质量分数 $\geq 0.0010\%$ 时，保留两位有效数字。数值修约按照GB/T 8170的规定进行。

A.7 精密度

A.7.1 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A.2给出的平均值范围内，这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 ）的情况不超过5%，重复性限（ r ）按表A.2数据采用线性内插法或外延法求得。

表 A.2 重复性限

$w_x / (\%)$	0.0001	0.0010	0.0030	0.0050	0.0100
$r / (\%)$	0.0001	0.0002	0.0005	0.0010	0.0020

A.7.2 允许差

实验室之间试验数据不应大于表A.3所列的允许差。

表 A.3 允许差

$w_x / (\%)$	允许差 / (%)
0.0001~0.0005	0.0001
$>0.0005 \sim 0.0010$	0.0002
$>0.0010 \sim 0.0030$	0.0005
$>0.0030 \sim 0.0050$	0.0012
$>0.0050 \sim 0.0100$	0.0020

A.8 质量保证和控制

分析时，用国家级或行业级标准样品或控制样品进行校核，每三个月至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。

A.9 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

- 试样名称及编号；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/707124112104006155>