



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.25—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 25 部分：电感耦合等离子体 原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 25: Inductively coupled plasma atomic
emission spectrometric method

2008-06-09 发布

2008-12-01 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 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 个部分:

- 第 1 部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:砷含量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 3 部分:铜含量的测定;
- 第 4 部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第 5 部分:硅含量的测定;
- 第 6 部分:镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法;
- 第 8 部分:锌含量的测定;
- 第 9 部分:锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 10 部分:锡含量的测定;
- 第 11 部分:铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:钛含量的测定;
- 第 13 部分:钒含量的测定 苯甲酰苯胺分光光度法;
- 第 14 部分:镍含量的测定;
- 第 15 部分:硼含量的测定;
- 第 16 部分:镁含量的测定;
- 第 17 部分:铈含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 18 部分:铬含量的测定;
- 第 19 部分:锆含量的测定;
- 第 20 部分:镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法;
- 第 21 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 22 部分:铍含量的测定 依来铬酐兰 R 分光光度法;
- 第 23 部分:铊含量的测定 碘化钾分光光度法;
- 第 24 部分:稀土总含量的测定;
- 第 25 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 25 部分,对应于 EN 14242:2004《铝及铝合金——化学分析——电感耦合等离子体发射光谱法》,一致性程度为修改采用。

本部分附录 A 为规范性附录。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由中国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位:东北轻合金有限责任公司、西南铝业(集团)有限责任公司、包头铝业股份有限公司、中国铝业股份有限公司河南分公司。

本部分主要起草人:李跃平、石磊、张树朝、席欢、吴豫强、张洁、薛宁、马存真。

本部分参加起草人:刘双庆、邓兰洪、沈清华、梁倩、周兵、陈雄立、赵俱生、董良。

铝及铝合金化学分析方法

第 25 部分：电感耦合等离子体 原子发射光谱法

1 范围

本方法规定了铝及铝合金中铁、铜、镁、锰、镍、钛、钒、钼、铌、锆、锗、铈、铉、铊、铋、镉、铟、锡、锑、钙、镭含量的测定方法。

本方法适用于铝及铝合金中铁、铜、镁、锰、镍、钛、钒、钼、铌、锆、锗、铈、铉、铊、铋、镉、铟、锡、锑、钙、镭含量的测定，测定范围见表 1。

表 1

元素	质量分数/%	元素	质量分数/%
铁	0.002 0~2.00	铋	0.002 0~0.50
铜	0.000 5~5.00	铈	0.001 0~5.00
镁	0.001 0~10.00	铉	0.002 0~1.00
锰	0.001 0~3.00	铊	0.002 0~0.25
镍	0.005 0~0.050	铋	0.002 0~1.00
钛	0.001 0~5.00	镉	0.000 5~0.40
钒	0.001 0~0.30	铟	0.10~1.00
钼	0.010~0.10	锡	0.005 0~5.00
铌	0.020~0.50	锑	0.50~10.00
锆	0.010~0.50	铋	0.000 5~0.10
钙	0.020~1.00	镭	0.010~0.25

2 方法提要

根据铝及铝合金的类型及元素的含量，采用以下方法分解试样：

- 盐酸和硝酸混合酸分解试样；
- 盐酸和过氧化氢分解试样；
- 氢氧化钠分解试样。

溶液直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定，以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3 试剂

- 3.1 过氧化氢(ρ1.10 g/mL)。
- 3.2 盐酸(ρ1.19 g/mL)，优级纯。
- 3.3 硝酸(ρ1.42 g/mL)，优级纯。
- 3.4 氢氟酸(1.14 g/mL)，优级纯。
- 3.5 氩气(>99.99%)。
- 3.6 盐酸(1+1)。

将按表2称取的试料(6.1)置于100 mL烧杯中,加入25 mL混合酸(3.9),待剧烈反应停止后,低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入表2相应体积的容量瓶中用水稀释至刻度,混匀。必要时根据工作曲线范围,稀释待测溶液。

6.4.2 溶样方法Ⅱ

此方法适用于铝及铝合金中铁、铜、镁、锰、镍、钛、钒、钼、锡、钨、铋、铍、锆、铪、铌、钽、锑、铋、钙含量的测定。

6.4.2.1 将按表2称取的试料(6.1)置于250 mL烧杯中,加入25 mL盐酸(3.6),待剧烈反应停止后,低温加热分解,加入适量的过氧化氢(3.1),至试料完全溶解,煮沸分解过量的过氧化氢,冷却至室温。

6.4.2.2 硅含量大于0.50%时,如有不溶残渣,将残渣过滤于表2中相应体积的容量瓶中,洗涤残渣,将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,灰化(即使滤纸燃烧),然后在800℃灼烧5 min,冷却。加入5 mL氢氟酸(3.4),并逐渐加入硝酸(3.7)至溶液清亮,加热蒸发至干,冷却,用5 mL盐酸(3.6)溶解残渣,将此试液合并于原滤液中,稀释至刻度,混匀。必要时根据工作曲线范围,稀释待测溶液。

6.4.3 溶样方法Ⅲ

此方法适用于铝及铝合金中铜、铁、钛、钒、钼、锡、钨、铋、铍、锆、铪、铌、钽、锑、铋、钙元素的测定。

6.4.3.1 将按表2称取的试料(6.1)置于40 mL烧杯中,加入少许水,加入6 mL氢氧化钠溶液(3.9),待剧烈反应停止后,低温加热分解,加入适量的过氧化氢(3.1),缓慢加热至试料完全溶解,煮沸分解过量的过氧化氢,冷却至室温。

6.4.3.2 如果试料中硅含量大于0.10%,将溶液蒸干成状,冷却,加入约30 mL水,缓慢加热直至完全溶解。

6.4.3.3 用水稀释液(6.4.3.2)稀释至约100 mL,边搅拌边加入25 mL硝酸(3.7)和25 mL盐酸(3.6),低温加热至完全溶解(如果氧化钨和氧化钽沉淀,应加入无水亚硫酸钠溶液,使其分解),冷却,将溶液移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。必要时根据工作曲线范围,稀释待测溶液。

注1:对易水解的元素加Ti、Sn、Zr、Nb的溶液应保持10%的浓度。

注2:在做低含量的试样时,对易挥发的元素(Cu、Pb、U)使用无硅酸和石英亚沸蒸馏水。

6.5 系列标准溶液的配制

6.5.1 根据试液中的铝含量,称取适量的铝基标准溶液(3.13)于一组100 mL容量瓶中,使标准溶液中的铝含量与试液中的铝含量基本一致,加入适量镉、铜、铁、镍、钼、钨、铋、铍、锆、铪、铌、钽、锑、铋、钙元素标准溶液(3.13)或(3.14),使标准溶液中的溶液浓度与试液基本一致,用水稀释至刻度,混匀。以不加标准溶液的试液作为空白溶液,待测元素含量应在所做工作曲线范围之内,系列标准溶液的数量由精度要求决定,一般3个~5个。

6.5.2 采用氢氧化钠分解试样时按下述方法制备标准系列:

根据样品中铝的含量,称取适量的高纯铝(3.13)与一系列聚四氟乙烯烧杯中,戴上表皿,以下操作按6.4.3步骤进行,在未稀释到刻度前加入适量的待测元素标准溶液(3.13)或(3.14),使标准溶液中的溶液浓度与试液基本一致,用水稀释至刻度,混匀。以不加标准溶液的试液作为空白溶液,待测元素含量应在所做工作曲线范围之内,系列标准溶液的数量由精度要求决定,一般3个~5个。

6.5.3 根据样品的牌号也可选择相应的标准系列样品(国家一级标样),按分析试液的制备方法(6.4)配置系列标准溶液,系列标准溶液的数量由精度要求决定,一般3个~5个。

6.6 测定

6.6.1 推荐的分析线见表4。

6.6.2 分析条件:将系列标准溶液(6.5)引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中,输入根据试验所选择的仪器最佳测定条件,在各元素选定的波长处,测定系列标准溶液中各元素的强度,当工作曲线的线性相关系数 ≥ 0.9995 时,即可进行分析溶液(6.4)的测定,根据光强度和浓度的关系计算机自动给出样品中各元素的质量浓度。

表 4

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
Fe	359.940, 339.502	Cr	267.716, 283.563
Cu	324.754	Zn	213.856, 206.200
Mg	285.213, 279.553	Ni	231.604
Mn	259.873, 257.616	Cd	228.802
Ga	394.364	Zr	339.198, 349.621
Ti	334.941, 337.285	Be	234.861, 313.542
V	292.402	Pb	220.353
Si	288.158, 251.611	B	249.678, 249.773
Sn	189.989	In	325.609
Bi	223.061	Sr	407.771, 346.645
Ca	317.933, 393.366	Sb	217.581

7 分析结果的计算

按公式(1)计算各待测元素的质量分数(%):

$$w(X) = \frac{(c - c_0) \times V \times R \times 10^{-4}}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

式中:

c ——自工作曲线上查得被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——自工作曲线上查得空白试验溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

R ——稀释系数。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下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5数据采用线性内插法求得。

表 5

质量分数/ %	0.000 5	0.001 0	0.005 0	0.010	0.050	0.10	0.50	1.00	5.00	10.00
重复性限 r / %	0.000 1	0.000 3	0.000 6	0.001 5	0.004	0.006	0.03	0.05	0.15	0.30

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%。再现性限(R)按表6数据采用线性内插法求得。

表 6

质量分数/ %	0.000 5	0.001 0	0.005 0	0.010	0.050	0.10	0.50	1.00	5.00	10.00
再现性限 R/ %	0.000 2	0.000 4	0.000 7	0.002 0	0.006	0.012	0.04	0.08	0.20	0.35

9 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年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。