ICS 77.120.10

**T/HNNMIA**

CCS H 61

**团 体 标 准**

T/HNNMIA XXXX-202X

铝铁合金化学分析方法

铜、锰、铬、镍、钛、锌含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of aluminum-iron alloy—

Determination of Cu, Mn, Cr, Ni, Ti, and Zn content—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2024-XX-XX实施

2024-XX-XX发布

河南省有色金属行业协会 发布

1. 前言

T/HNNMIA XXXX-202X

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。

本文件由河南中孚实业有限公司提出。

本文件由河南省有色金属行业协会归口。

本文件起草单位：河南中孚实业股份有限公司、中铝郑州有色金属研究院有限公司、河南科创铝基新材料有限公司、洛阳高性能铝基材料产业研究院。

本文件主要起草人：钱宇、王进良、夏训松、樊军伟、骆帝兴、石磊、孙雅琴、张涛、毛冬艳、史世杰、李利利、张东红、李娜、刘子杏、王艳艳、张秀丽、王学敏、牛会娟、张海燕、禹海燕。

T/HNNMIA XXXX-202X

铝铁合金化学分析方法

铜、锰、铬、镍、钛、锌含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

* 1. 范围

本文件描述了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝铁合金中Cu、Mn、Cr、Ni、Ti、Zn含量的方法。

本文件适用于铝铁合金中Cu、Mn、Cr、Ni、Ti、Zn含量的测定，测定范围（质量分数）见表1。

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围，% | 元素 | 测定范围，% |
| Cu | 0.0003～0.015 | Ni | 0.0050～0.030 |
| Mn | 0.09～0.40 | Ti | 0.0010～0.030 |
| Cr | 0.03～0.30 | Zn | 0.0025～0.030 |

* 1. 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/T 6682 分析实验室用水规格试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

试料用盐酸-硝酸混合酸分解后，以电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定，以基体匹配法校正基体对测定的影响。

* 1. 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯以上试剂和满足GB/T 6682规定的二级水。

5.1 盐酸（1+1），优级纯。

5.2 硝酸（1+1），优级纯。

5.3 混合酸：3份盐酸（5.1）与1份硝酸（5.2）混合。

5.4 铝（≥99.99%）。

5.5 过氧化氢（=1.10 g/mL）。

5.6 铝基体溶液（20 mg/mL）：称取20.00 g经酸洗过的铝（5.4）置于1000 mL烧杯中，盖上表面皿，分次加入总量为600 mL盐酸（5.1），待剧烈反应停止后，缓慢加热至完全溶解，然后加入数滴过氧化氢（5.5），煮沸数分钟，冷却，将溶液移入1000 mL的容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

T/HNNMIA XXXX-202X

5.7 多元素标准溶液（Cu、Mn、Cr、Ni、Ti、Zn）：100 g/mL，使用有证国家标准溶液。

5.8 氩气：纯度≥99.999%。

* 1. 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪，仪器应满足下列条件：

* + 1. 分光室具有抽真空或驱气等功能，保证测试波长在200 nm以下元素测试信号稳定。
    2. 仪器分辨率≤0.003 nm（200 nm）处。
  1. 样品

将试样加工成厚度不大于1 mm的碎屑。

* 1. 分析步骤

8.1 试料

称取0.25 g样品（7）（*m*0），精确至0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

称取与试料相同量的铝（5.4），随同试料（8.1）做空白试验。

8.4 分析试液的制备

将称取的试料(8.1)置于250 mL锥形瓶中，加入25 mL混合酸（5.3），待剧烈反应停止后，于电热板上低温加热，使试料分解完全，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.5 系列标准溶液的配制

分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL和10.00 mL多元素标准溶液（5.7）于一组100 mL容量瓶中，分别加入8 mL混合酸（5.3）,12.5 mL铝基体溶液（5.6），稀释至刻度，混匀。

8.6 测定

选择仪器（6）合适的分析条件及各个元素的分析谱线（参见附录A），将系列标准溶液（8.5）引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中，在各元素选定的波长处，测量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（8.4）的测定。

9 分析结果的计算

各待测元素的含量以各待测元素质量分数计，按式（1）计算，也可由计算机自动给出：

 …………………………………………（1）

式中：

──自工作曲线上查得被测元素的浓度，单位为微克每毫升（）；

──自工作曲线上查得空白试验溶液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升（）；

T/HNNMIA XXXX-202X

──试液体积，单位为毫升（mL）；

──试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留至小数点后4位，数值修约按照GB/T 8170的规定进行。

10 精密度

10.1 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）*的情况下不超过5%，重复性限（*r）*按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 含量/% | 重复性限（r）/% | 元素 | 含量/% | 重复性限（r）/% |
| Cu | 0.0003 | 0.0001 | Ni | 0.005 | 0.0006 |
| 0.0010 | 0.0002 | 0.010 | 0.0014 |
| 0.0020 | 0.0005 | 0.015 | 0.0021 |
| 0.0040 | 0.0009 | 0.020 | 0.0029 |
| 0.0080 | 0.0017 | 0.025 | 0.0037 |
| 0.015 | 0.0032 | 0.030 | 0.0044 |
| Mn | 0.09 | 0.005 | Ti | 0.001 | 0.0004 |
| 0.15 | 0.010 | 0.003 | 0.0005 |
| 0.20 | 0.014 | 0.005 | 0.0006 |
| 0.25 | 0.018 | 0.010 | 0.0010 |
| 0.30 | 0.022 | 0.015 | 0.0013 |
| 0.35 | 0.026 | 0.020 | 0.0016 |
| 0.40 | 0.030 | 0.030 | 0.0023 |
| Cr | 0.03 | 0.003 | Zn | 0.0025 | 0.0007 |
| 0.05 | 0.004 | 0.0050 | 0.0008 |
| 0.10 | 0.006 | 0.010 | 0.0010 |
| 0.15 | 0.009 | 0.015 | 0.0012 |
| 0.20 | 0.011 | 0.020 | 0.0014 |
| 0.25 | 0.013 | 0.025 | 0.0016 |
| 0.30 | 0.015 | 0.030 | 0.0018 |

10.2 再现性

在再现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再现性限（*R*），超过再现性限（*R）*的情况下不超过5%，再现性限（*R）*按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3

T/HNNMIA XXXX-202X

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 含量/% | 再现性限（R）/% | 元素 | 含量/% | 再现性限（R）/% |
| Cu | 0.0003 | 0.0001 | Ni | 0.005 | 0.0007 |
| 0.0010 | 0.0003 | 0.010 | 0.0015 |
| 0.0020 | 0.0005 | 0.015 | 0.0022 |
| 0.0040 | 0.0011 | 0.020 | 0.0030 |
| 0.0080 | 0.0021 | 0.025 | 0.0038 |
| 0.015 | 0.0040 | 0.030 | 0.0045 |
| Mn | 0.09 | 0.006 | Ti | 0.001 | 0.0005 |
| 0.15 | 0.014 | 0.003 | 0.0006 |
| 0.20 | 0.020 | 0.005 | 0.0007 |
| 0.25 | 0.026 | 0.010 | 0.0011 |
| 0.30 | 0.032 | 0.015 | 0.0014 |
| 0.35 | 0.039 | 0.020 | 0.0017 |
| 0.40 | 0.045 | 0.030 | 0.0024 |
| Cr | 0.03 | 0.004 | Zn | 0.0025 | 0.0008 |
| 0.05 | 0.005 | 0.0050 | 0.0009 |
| 0.10 | 0.007 | 0.010 | 0.0011 |
| 0.15 | 0.010 | 0.015 | 0.0013 |
| 0.20 | 0.012 | 0.020 | 0.0015 |
| 0.25 | 0.014 | 0.025 | 0.0017 |
| 0.30 | 0.016 | 0.030 | 0.0019 |

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a）本部分编号、名称及所用的方法；

b）关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；

c）以适当的形式表达试验结果；

d）试验过程中出现的异常现象；

e）在本部分中没有明确说明或可选择的、可能影响结果的任何操作；

f）试验、审核等相关责任人的签名。

T/HNNMIA XXXX-202X

附录A

（资料性附录）

推荐的元素谱线

推荐的元素谱线见表A.1。

表A.1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm | 元素 | 分析线/nm |
| Cu | 324.752 | Ni | 231.604 |
| Mn | 259.372 | Ti | 334.940 |
| Cr | 283.563 | Zn | 206.200 |

