**铝及铝合金化学分析方法**

 **第33部分：钾含量的测定**

**火焰原子吸收光谱法**

编制说明

(预审稿)

《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定》编制组

主编单位：中国铝业郑州有色金属研究院有限公司

2019年6月

铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定

火焰原子吸收光谱法

预审稿编制说明

一、工作简况（包括任务来源、协作单位、主要工作过程）

1 任务来源

2015年全国有色金属标准化技术委员会年会会议精神（2015年11月）和2016年8月在河北省邯郸市召开的全国有色金属标准化技术委员会会议精神，确定将GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》和YS/T 807《铝中间合金化学分析方法》等标准进行整合，补充完善GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》标准体系。2016年11月全国有色金属标准化技术委员会会议精神，明确了GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》标准体系中涵盖的测定元素及制修订项目原则。

根据全国有色金属标准化技术委员会于2018年3月在云南省昆明市召开了《铝及铝合金化学分析方法》国家标准任务落实会，来自云南冶金研究院、广东省工业分析测试中心、贵州测试院、东北轻合金有限公司等30余家的50名代表对GB/T20975.33—201X《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》进行了讨论，并进行了制修订任务落实，会上确定了《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》的起草基本思路。由中国铝业郑州有色金属研究院有限公司负责，由长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、中铝材料应用研究院有限公司、山东兖矿轻合金有限公司、中铝山西新材料有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、北矿检测技术有限公司、昆明冶金研究院等单位负责复验复核工作。

全国有色金属标准化技术委员会2017年下达标准制（修）定计划（国标委综合〔2017〕128号），本标准项目计划编号为20173501-T-610，项目完成时间为2019年12月。

2 项目编制工作组单位简介

**2.1 中国铝业郑州有色金属研究院有限公司**

中国铝业郑州有色金属研究院有限公司（原中国铝业郑州研究院）是中国轻金属专业领域唯一的大型科研机构，是我国铝镁工业新技术、新工艺、新材料和新装备的重大、关键和前瞻技术的研发基地，基础研究及原创性技术成果的孵化与转化基地。拥有国内唯一的国家铝冶炼工程技术研究中心，中国铝业博士后科研工作站。拥有铝土矿处理、氧化铝工艺、铝用炭素和电解铝工艺、镁冶炼工艺、化学品氧化铝和轻金属材料工艺、轻金属检测等技术领域的研究实验室，具有完善的铝、镁冶炼基础理论研究技术平台，包括TEM、SEM、EDS、XRD、XRF、IC等在内的大型仪器设备80余套。依托研究院设立的国家轻金属质量监督检验中心（郑州轻金属研究院检测实验室）主要负责我国铝镁及其合金12类77种产品的质量监督检验、产品质量评价仲裁等工作，多年来一直为行业提供技术支持服务，承担了铝行业绝大部分分析检测等基础技术标准的具体起草工作，是国际标准化组织ISO/TC226（铝用原材料技术委员会）、ISO/TC79（轻金属及其合金）在国内的技术支持单位，是ISO/TC79/SC5、ISO/TC79/SC12主席单位，是国家工业和信息化部确定的有色金属标准样品定点研制单位，是全国有色金属标准化技术委员会铝用炭素材料工作组长单位。

**2.2 贵州省分析测试研究院**

贵州省分析测试研究院是依法设立的为社会提供公正科学数据的第三方检测机构，是政府财政全额拨款的公益型科研事业单位。在1990年通过省级《计量资格认证》（CMA）2700余项省级计量认证，2009年通过了《国家实验室认可》（CNAS资格认可）400多项，建立了一套完整的符合国际和国家标准的ISO/IEC17025.2005的质量管理体系，成为贵州省乃至西南地区最具综合分析研究优势的检测科学研究与服务机构之一。现有专业技术人员200多人，具有高级职称20余人、中级职称80余人和一批具有博士、硕士组成的年轻研究团体。拥有HPLC、HPLC-MS、GC、GC-MS、ICP-AES、GPC、TOC、DOC、FTIR等各类仪器设备共计400余台（件），价值近8000万元，实验室面积达20000余平方米。承担并完成国家支撑计划、863课题、国家自然基金等多项国家级、省级科研项目。现有分析测试新方法和新技术研究成果80多项，在国内外重要期刊发表相关研究论文300余篇，参与起草和修订国家标准十余项，获得发明专利15项，出版专著500多篇（部）。

**2.3 长沙矿冶研究院有限责任公司**

长沙矿冶研究院有限责任公司分析检测中心成立于1956年，是原国家冶金工业辅料矿质量监督检测中心。2003年中心通过湖南省质量技术监督局计量认证，2011年通过国家实验室认可。中心为国家金属矿产资源综合利用工程技术研究中心、深海矿产资源开发利用技术国家重点实验室、工信部工业（黑色金属矿冶）产品质量控制与技术评价实验室、国家中小企业公共服务示范平台、铁锰矿产资源高效清洁加工与综合利用国家地方联合工程实验室等国家级实验研发平台提供技术服务支撑；是湖南省金属矿产资源开发利用工程实验室、动力电池材料湖南省工程实验室、贵州省锰业工程技术研究中心等省级实验研发平台重要组成单元，是五矿矿产资源评价实验室的重要组成部分。中心设有化学物相分析实验室、大型仪器分析实验室、综合办公室。现有实验室1500平方米，仪器设备122台套，包括矿物参数自动分析仪（MLA）、X-射线衍射仪(XRD)、扫描电子显微镜（SEM）、电感耦合等离子体发射光谱质谱联用仪（ICP-MS）、电感耦合等离子体发射光谱（ICP-AES）等分析仪器设备。

**2.4 中铝材料应用研究院有限公司**

中铝材料应用研究院有限公司成立于 2017 年 3 月，为中国铝业集团有限公司全资子公司。前身为中铝科学技术研究院，是中铝集团按照中组部和国务院国资委要求入驻北京未来科学城的 15 家央企科研单位之一。本部设有“五部四所两中心”，四个科研所，两个专项中心。下设苏州分公司、中铝广州有色金属应用研究院。2018 年 1 月合资成立浙江中铝汽车轻量化科技有限公司。拥有以钣金成形试验机、双向拉伸试验机、滚边机器人等设备为代表的材料制备、热处理、形变加工、机械加工到冲压/拉弯/液压成形、焊接、表面处理工艺各类试验设备以及以 X 射线衍射仪、场发射扫描电镜、板材成形试验机、辉光光谱仪为代表的化学分析、力学性能分析、物理性能分析、金相分析以及微束分析各类检测仪器共计168台（套）。试验检验中心和苏州分析测试中心为国家CNAS认可机构，具备开展有色金属材料研究和应用技术开发的基本硬件条件。

**2.5 中铝山西新材料有限公司**

中铝山西新材料有限公司是山西省第一家拥有“矿山-氧化铝-电解铝-铝加工”并配套自备发电机组的完整铝产业链的大型企业，技术研发中心是中铝山西新材料有限公司的技术研发机构。承担着公司新材料、新产品、新技术、新工艺的研发与推广应用工作，负责公司科技管理与知识产权的管理工作，负责研发过程分析检测工作以及分析方法及标准的研究，负责公司的原燃物料和过程样品的分析检测等工作。

**2.6 内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司**

内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司由中国电力投资集团公司控股的中外合资企业，是国家电投的三级公司，以电解铝生产加工为主营业务。化验室在总公司和分公司分别有独立的化验楼，拥有先进的检测设备（50余台）和配套齐全的环境设施。总公司化验室于2010年12月通过中国合格评定国家认可委员会（CNAS）认可，注册号为：CNAS L4855。公司化验室是GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法 》、YS/T 807《铝中间合金化学分析方法》、YS/T273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》标准的主起草单位，也是GB/T6609《氧化铝分析方法和物理性能测定方法》等多个标准的参与起草单位。内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司从生产经验、质量控制、检测工作经验、标准起草等方面都具备主编起草本国家标准的资格、基础和条件。

**2.7 北矿检测技术有限公司**

 北矿检测技术有限公司为国家重有色金属质量监督检验中心、国家进出口商品检验有色金属认可实验室、中国有色金属工业重金属质检中心、科技成果检测鉴定国家级检测机构，在国内有色金属分析领域具有权威地位。公司拥有多台火焰原子吸收光谱仪、电感耦合等离子体原子发射光谱仪、电感耦合等离子体质谱仪，具备项目研究所需的仪器设备。标准起草人员多次参与有色行业标准的起草、验证等工作，具有丰富的方法研究经验。

**2.8 山东兖矿轻合金有限公司**

山东兖矿轻合金有限公司配置熔铸生产线4条、挤压生产线14条，具有最先进的模具加工设备，尤其是进口的150MN双动正向油压挤压机，为目前世界上吨位最大的同类挤压设备，属世界首台，配有目前国内最高的立式淬火炉（30m），最长的时效退火炉（30m）。可生产最大直径为φ800mm铸棒，最大宽度达1100mm的型材，最大外径达700mm的无缝管材，最大直径达450mm的挤压棒材等各种铝合金工业用管、棒、型材，满足不同客户对各类工业铝挤压材的需求。现有工程技术人员中，拥有一队经验丰富的产品开发工程师，专责为客户设计产品及提供技术支持，对整个加工工序都具备丰富的经验和深厚的知识，务求令产品符合客户的每一个要求。并与国内外知名科研院所和公司企业合作，研发新型铝合金制品、探索研究新型工艺技术，不断开发铝合金挤压材的新工艺、新技术、新市场。主编过多项国家标准和行业标准，具有起草本国家标准的基础和条件。

**2.9 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司**

 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司是中国铅行业龙头企业、世界铅锌矿业旗舰企业之一。拥有亚洲最大的铅锌银矿山—凡口铅锌矿，拥有按照世界最先进采、选技术建设的特大型现代化矿山—广西中金岭南矿业公司，拥有国内最早的ISP工厂—韶关冶炼厂及最先进的锌湿法冶炼企业—丹霞冶炼厂，拥有高端工业铝型材生产企业—深圳华加日公司，拥有高新材料科研生产企业—深圳中金岭南科技公司。获得省部级以上科技奖励超100项，其中国家级奖励13项：科技进步一等奖二项、二等奖七项、三等奖三项，技术发明二等奖一项。

**2.10 昆明冶金研究院**

 昆明冶金研究院创建于1953年，是国家级企业技术中心——云南冶金集团股份有限公司技术中心的核心研发机构，是云南省选冶新技术重点实验室、国家博士后科研工作站、国家科技部国际合作基地的依托单位，同时也是云南省湿法冶金工程技术研究中心、云南省铝电解节能减排工程技术研究中心、云南省铅冶金工程技术研究中心、云南省锰系列产品工程技术研究中心及云南省多晶硅产业化关键技术工程研究中心的主要依托单位，拥有云南省锗铜系列高新技术产品的技术开发创新团队、云南省铝电解冶金新技术创新团队、云南省加压湿法冶金技术应用研究创新团队、昆明市低成本多晶硅技术创新团队和昆明市铜及铜产品开发科技创新团队。现有资源开发（选矿）、冶金、物质成分、分析测试、材料、工程设计和环保等多个研究部门，主要从事矿产资源开发利用、技术研发与技术服务；冶金、环保技术开发与服务；新材料研究与开发；采、选、冶工程设计、民用建筑设计；矿石及金属产品中多元素分析、合金材料相分析和结构测定；矿物组成与赋存状态、各种材料成份结构分析等。

二、主要工作过程（征求意见过程，讨论会情况）和工作内容

2.1 征求意见过程

从项目申报开始，中国铝业郑州有色金属研究院有限公司（国家轻金属质量监督检验中心）就组建了GB/T 20975.33-201X《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》起草项目组。项目组由长期负责标准制修订的教授级高工担任组长，高级工程师、工程师及硕士担任组员。2018年3月全国有色金属标准化技术委员会在昆明市召开了任务落实会，根据会上的讨论，形成征求意见稿，之后广泛征求相关单位意见，再根据各单位意见形成预审稿。

2.2 讨论会情况

2017年12月郑州研究院在河南省郑州市组织召开专题会议，对郑州研究院负责制修订的GB/T 20975.32、GB/T 20975.33、GB/T 20975.34等10个部分进行了讨论，对各个标准测定范围、方法提要、测定步骤、精密度等部分进行了详细的论证，基本达成了统一。

2018年7月全国有色金属标准化技术委员会在内蒙古自治区省霍林郭勒市召开了GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》系列国家标准中GB/T 20975.28、GB/T 20975.29、GB/T 20975.30、20975.31等4个部分的审定会议，同时对其余部分进行了讨论。

2019年1月，全国有色金属标准化技术委员会在黑龙江省哈尔滨市召开了GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》讨论会议，对各个部分的测定范围、适用范围及制修订过程进行了再次讨论，根据国家标准制修订要求再次确定了制修订原则。

2.3 主要工作过程

从该标准起草项目申报开始，中国铝业郑州有色金属研究院有限公司（国家轻金属质量监督检验中心）就组建了GB/T 20975.33-201X《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》起草项目组。项目组由长期负责标准制修订的教授级高工担任组长，高级工程师、工程师及硕士担任组员。

2018年3月全国有色金属标准化技术委员会在云南省昆明市召开了GB/T 20975.33-201X《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》起草第一次工作会议，会上确定了GB/T 20975.33-201X的起草思路，中国铝业郑州有色金属研究院有限公司负责起草GB/T 20975.33-201X《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》。

我们在总结过去工作经验的基础上，参考YS/T 807.10-2012《铝中间合金化学分析方法 第10部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》，认真地进行了条件试验，对共存离子进行了干扰试验，对方法进行了样品分析，在此基础上我们编制完成了《实验报告》，并进行了充实完善。

2018年10月，项目组编制了GB/T 20975.33-201X《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》征求意见稿，通过会议、发函征求了数十家单位对征求意见稿的意见和建议，单位包括长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、昆明冶金研究院、苏州有色院等科研院所，还包括西南铝业、包头铝业有限公司、中铝矿业有限公司等企业，以及郑州大学、中南大学等高等院校。收集到对征求意见稿的反馈信息，汇总、分析意见和建议见下表。

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 封面 | 标准封面格式（包括标准分类号、英文名称和发布单位字体及格式等）按GB/T 1.1-2009进行修改。 | 中国有色金属工业标准计量质量研究所 | 采纳 |  |
| 2 | 前言 | GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为37部分：每个部分的名称进行重新确认。 | 东北轻合金有限公司 | 采纳 |  |
| 3 | 1  | 修改为“GB/T 20975的本部分规定了火焰原子吸收光谱法测定铝及铝合金中钾含量的方法。” | 中国有色金属工业标准计量质量研究所 | 采纳 |  |
| 4 | 3 | 新增加：3 术语和定义 GB/T 20000.1界定的术语和定于适用于本文件。后面的章条号依次增加。 | 中国有色金属工业标准计量质量研究所 | 采纳 |  |
| 5 | 8.2 | 8.2 平行试验平行做两份试验。 | 包头铝业有限公司 | 采纳 |  |
| 6 | 9.2 | 修改为“计算结果保留两位有效数字，数值修约执行GB/T 8170。” | 中金岭南有色金属股份有限公司 | 采纳 |  |
| 7 | 9.3 | 新增： 9.3 取两次测试结果的平均值。 | 中金岭南有色金属股份有限公司 | 采纳 |  |
| 8 | 8.4.310.1、10.2 | 表格均取消标题 | 东北轻合金有限公司 | 采纳 |  |
| 9 | 8.4.3 | 表1中“≥”修改为“＞”；“稀释倍数R” 修改为“稀释倍数T” | 中国铝业连城分公司 | 采纳 |  |
| 10 | 4.6、5.7 | 完善精密度数据，补充试验数据。 | 北京有色院 | 不采纳 | 数据足够，无需要补充。 |
| 11 | 文本格式 | 严格按照最新国家标准编写规范撰写。 | 中国有色金属工业标准计量质量研究所 | 采纳 |  |

2018年10月，标准编制组与长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、中铝材料应用研究院有限公司、山东兖矿轻合金有限公司、中铝山西新材料有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、北矿检测技术有限公司、昆明冶金研究院等单位联系，对标准进行复验复核。9家单位按照标准制修订的要求，对本标准认真进行了复验、复核，并提交了复验、复核报告。其复验复核报告中精密度实验数据及准确度实验数据见附录1。

2019年6月，标准编制组结合国家标准委及全国有色金属标准化委员会对标准制修订的最新要求，汇总统计了9家单位的复验、复核结果，以及征求意见并吸纳合理建议的基础上，形成了《预审稿》和《预审稿编制说明》。

三、标准编制的原则和确定标准主要内容的依据

1、标准编制的原则

从该标准起草项目申报开始，中铝郑州有色金属研究院有限公司就组建了GB/T 20975.33-201X《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》起草项目组，撰写开题报告，落实项目组长及参与组员的起草任务，确定标准编审原则如下：

1）符合性：完全按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结果和编写规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求对本部分进行了编写。

2）合理性：以满足我国铝行业的实际生产和使用的需要为原则，以与实际相结合为原则，提高标准的适用性。

3）先进性：该分析方法的准确度和精密度高，适合多元素同时分析。能很好地满足产品分析的需要。

3、确定标准主要内容的依据

3.1 原子吸收光谱仪工作条件试验

3.1.1 空气—乙炔流量

按照试验方法，采用原子吸收光谱仪（2.1.1），固定空气流量为8.5L/min，改变乙炔气流量，测定钾的吸光度，结果见表1。

表1

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 乙炔气流量，L/min | 1.0 | 1.1 | 1.2 | 1.3 | 1.4 |
| 吸光度A | 0.094 | 0.107 | 0.115 | 0.110 | 0.060 |

 由表1可知，乙炔气流量在1.0L/min～1.2L/min之间时，灵敏度最高，吸光度稳定。本法选择乙炔气流量为1.2L/min，空气流量为8.5L/min。

3.1.2 燃烧器高度

按照试验方法，采用原子吸收光谱仪（2.1.1），固定空气-乙炔流量，改变燃烧器高度，测定钾的吸光度，结果见表2。

表2

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 燃烧器高度，mm | 5.0 | 6.0 | 7.0 | 8.0 | 9.0 |
| 吸光度A | 0.109 | 0.111 | 0.115 | 0.095 | 0.084 |

由表2可知，燃烧器高度在7.0mm时灵敏度最高，吸光度稳定。本法选择燃烧器高度为7.0mm。

3.1.3 仪器其它工作条件优化

按照试验方法，采用原子吸收光谱仪（2.1.1），固定空气-乙炔流量和燃烧器高度，选择仪器其它条件测定钾的吸光度，选择最佳的仪器工作条件，试验结果见表3。

表3

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 波长nm | 狭缝nm | 灯电流mA | 燃烧器高度mm | 积分时间s | 乙炔流量L/min | 空气流量L/min |
| 766.5 | 0.2 | 4 | 7 | 4 | 1.2 | 8.5 |

3.1.4 最低精密度

测量钾的工作曲线最高点标准溶液10次，计算吸光度的平均值和标准偏差，该标准偏差均不超过吸光度平均值的1.0%（共四条工作曲线）。测量钾的工作曲线最低点标准溶液10次，计算吸光度的平均值和标准偏差，该标准偏差均不超过吸光度平均值的0.5%（共四条工作曲线），具体数据分别见表4、表5。

表4 最高点标准溶液精密度

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 曲线范围序号 | 0.0010%～0.020% | 0.020%～0.10% | 0.10%～0.50% | 0.50%～1.0% |
| 1 | 0.133 | 0.228 | 0.279 | 0.311 |
| 2 | 0.134 | 0.231 | 0.278 | 0.312 |
| 3 | 0.133 | 0.229 | 0.277 | 0.312 |
| 4 | 0.134 | 0.232 | 0.289 | 0.314 |
| 5 | 0.133 | 0.229 | 0.280 | 0.314 |
| 6 | 0.133 | 0.231 | 0.279 | 0.313 |
| 7 | 0.133 | 0.230 | 0.278 | 0.313 |
| 8 | 0.134 | 0.230 | 0.280 | 0.312 |
| 9 | 0.134 | 0.230 | 0.276 | 0.311 |
| 10 | 0.133 | 0.230 | 0.277 | 0.314 |
| 吸光度平均值A | 0.133 | 0.230 | 0.278 | 0.313 |
| 标准偏差S | 0.0006 | 0.0010 | 0.0014 | 0.0012 |
| 变异系数，% | 0.45 | 0.43 | 0.50 | 0.38 |
| A×1.0% | 0.0013 | 0.0023 | 0.0028 | 0.0031 |

表5 最低点标准溶液精密度

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 曲线范围序号 | 0.0010%～0.020% | 0.020%～0.10% | 0.10%～0.50% | 0.50%～1.0% |
| 1 | 0.017 | 0.053 | 0.056 | 0.060 |
| 2 | 0.016 | 0.055 | 0.056 | 0.061 |
| 3 | 0.016 | 0.054 | 0.058 | 0.062 |
| 4 | 0.016 | 0.054 | 0.057 | 0.062 |
| 5 | 0.017 | 0.055 | 0.057 | 0.061 |
| 6 | 0.016 | 0.055 | 0.059 | 0.063 |
| 7 | 0.016 | 0.054 | 0.058 | 0.059 |
| 8 | 0.016 | 0.053 | 0.058 | 0.060 |
| 9 | 0.016 | 0.053 | 0.058 | 0.061 |
| 10 | 0.016 | 0.055 | 0.059 | 0.061 |
| 吸光度平均值A | 0.0162 | 0.0541 | 0.058 | 0.061 |
| 标准偏差S | 0.00004 | 0.0008 | 0.0012 | 0.0012 |
| 变异系数，% | 2.47 | 1.48 | 2.07 | 1.96 |
| A×0.5% | 0.00008 | 0.0012 | 0.0014 | 0.0016 |

 试验表明，仪器满足钾测量最低精密度要求。

3.1.5 最小稳定性

最高浓度标准溶液吸光度的变异系数不大于1.5%，则仪器满足最小稳定性的要求，由表4可知，四条工作曲线的变异系数分别为0.45%、0.43%、0.50%、0.38%，均满足要求。

2.1.6 工作曲线线性

将工作曲线按照浓度分为四段。最高段吸光度差值与最低段吸光度差值之比均不小于0.7。测定数据见表6。

表6 工作曲线呈线性

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 0.0010%～0.020% | 0.020%～0.10% | 0.10%～0.50% | 0.50%～1.0% |
| 2.57 | 0.90 | 0.95 | 0.93 |

 试验表明，工作曲线线性符合要求。

3.2 试验条件选择

3.2.1 酸类及酸度的影响

按照试验方法，加入不同量的盐酸、硝酸、硫酸、磷酸，测量在不同酸类和酸度介质中钾的吸光度（以相应加入的酸为空白）。实验结果见表7。

表7 酸度及酸类对钾测定的影响

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 酸 类酸度%（V/V） | 盐酸 | 硝酸 | 硫酸 | 磷酸 |
| 0 | 0.128 | 0.128 | 0.128 | 0.128 |
| 0.5 | 0.126 | 0.124 | 0.125 | 0.112 |
| 1.0 | 0.125 | 0.125 | 0.122 | 0.103 |
| 2.0 | 0.130 | 0.131 | 0.122 | 0.085 |
| 3.0 | 0.132 | 0.132 | 0.119 | 0.072 |
| 4.0 | 0.127 | 0.127 | 0.108 | 0.056 |
| 5.0 | 0.126 | 0.126 | 0.101 | 0.036 |

试验结果表明，表7中的各类酸介质对钾的测定都有影响。磷酸和硫酸存在时，随着酸度的增加，钾的吸光度不断降低，盐酸和硝酸在5%的酸度范围内基本上不影响钾的测定。硫酸和硝酸在溶解样品时会使铝的表面钝化，使试样难以溶解。因此选用盐酸作为溶解样品用酸，酸度选择为1%～3%（V/V）。

3.2.2 电离抑制剂的选择

在火焰原子吸收光谱法测定中，由于钾的电离电位低，在火焰中易发生电离，使适合于原子吸收测量的基态原子数有所减少，从而降低了吸光度，且工作曲线有向吸光度轴弯曲的现象。因此，电离效应是测定钾、钠等碱金属元素的主要干扰来源。为了减少电离效应对测定的影响，一般选择加入电离抑制剂。本试验选择了分别加入氯化锂和氯化铯。

按照试验方法，分别加入不同量的氯化锂溶液和氯化铯溶液，测量钾的吸光度，试验结果见表8。

表8

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | 加入量，mg/mL | 空白吸光度 | 相对吸光度 |
| 不加电离抑制剂 | 0 | 0.004 | 0.128 |
| 氯化锂 | 1.0 | 0.012 | 0.195 |
| 2.0 | 0.023 | 0.198 |
| 3.0 | 0.034 | 0.210 |
| 氯化铯 | 1.0 | 0.025 | 0.215 |
| 2.0 | 0.051 | 0.219 |
| 3.0 | 0.074 | 0.218 |

可以看出，在测定溶液中加入锂盐和铯盐均可抑制钾的电离，但是铯盐的效果比较好，本试验选用CsCl作为测定钾的电离抑制剂。试验表明加入1.0mg/mL～3.0mg/mL时，其效果基本一致，本试验加入1.0mg/mLCsCl。

但是，需要特别引起注意的是，由于试剂氯化锂和氯化铯质量不好，其中往往含有一定量的钾，导致测定的试剂空白吸光度较大，反而影响了测定的准确度。因此，需要认真考虑利弊，如果试剂质量较好，最好使用电离抑制剂，可以提高测定的灵敏度；如果试剂质量不好，则最好不用以减低试剂空白。

3.2.3 铝基体的影响试验

移取6.00mL钾标准溶液（2.1.9）于100mL容量瓶中，加入不同的铝量（同时带相应的空白），以水稀释至刻度，混匀。于火焰原子吸收光谱仪（2.1.1）在选定的仪器工作条件下上测定钾的吸光度。结果见表9。

表9

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 铝加入量，mg | 0 | 20 | 50 | 100 | 200 | 500 |
| 吸光度 | 0.115  | 0.110 | 0.106 | 0.091 | 0.077 | 0.069 |

由表9可知，铝对钾测定有明显的负干扰并随着铝量的增加K的吸收逐渐下降。为了消除此干扰，必须在工作曲线标准溶液系列中加入与试样溶液相同的铝量。

3.2.4 共存离子干扰试验

于100mL容量瓶中，加入5.00mL钾标准溶液（2.1.9），加入25mL铝基体溶液(2.1.7)，加入一定量的共存元素干扰试验用溶液(2.1.10)，以水稀释至刻度，混匀。于火焰原子吸收光谱仪上测定钾的吸光度（同时带相应的铝基体空白）。测定结果见表10。

表10 共存离子干扰试验结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 加入元素 | 加入量，mg | 吸光度 | 回收率，% |
| Al | 500 | 0.069 | 100 |
| Fe、Mn、Mg、Zn、Ti、Cu、Ni、V、Cr、Co、Sn、Bi、Cd、Be、Ca、Ba、As | 2.0 | 0.068 | 98.55 |
| Ga、Pb、Zr、Li、Sb、Sr、Tl | 1.0 | 0.068 | 98.55 |
| B | 50.0 | 0.069 | 100 |

由表10可知，铝及铝合金中一般含量的Fe、Mn、Mg、Zn、Ti、Cu、Ni、V、Cr、Co、Sn、Bi、Cd、Be、Ca、Ba、As、Ga、Pb、Zr、Li、Sb、Sr、Tl等共存离子不影响钾的测定；铝硼合金中硼也不干扰钾的测定。

3.3、样品分析

3.3.1 测定

3.3.1.1 称取0.50g试样置于300mL聚四氟乙烯烧杯中，加入15mL盐酸（2.1.2），待剧烈反应停止后，加入2滴过氧化氢（30%），低温加热至试样完全溶解，冷却至室温。

3.3.1.2 根据试样中钾的质量分数，按表11将试液（4.1.1）移入相应容量瓶中，分别进行操作。加入4.0mL氯化铯溶液（2.1.5），用水稀释至刻度，摇匀。

同时称取0.5000g高纯铝（不含钾），随同试样做空白。

表11

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 钾的质量分数/% | 容量瓶体积/mL | 分取试液（4.1.2）体积/mL |
| 0.0010～0.020 | 100 | 全用 |
| ≥0.020～0.10 | 100 | 20.00 |
| ≥0.10～0.50 | 250 | 10.00 |
| ≥0.5～1.0 | 250 | 5.00 |

3.3.1.2 将随同试样所作的空白试验溶液及根据试样中钠的质量分数而制备的试液于原子吸收光谱仪波长766.5nm处，采用空气 - 乙炔火焰，以水调零，测量钾的吸光度。从工作曲线上查出相应的钾量。

3.4 工作曲线的绘制

3.4.1 系列标准溶液的制备

3.4.1.1 适用于0.0010%～0.020%钾的质量分数

移取0、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL钾标准溶液(2.1.9)，分别置于一组100mL容量瓶中，加入25.0mL铝基体溶液(2.1.7)和4.0mL氯化铯溶液（2.1.5），用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪波长766.5nm处，采用空气 - 乙炔火焰，以水调零，测量钾的吸光度。结果见表12。

表12

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 钾质量分数，% | 0 | 0.001 | 0.002 | 0.004 | 0.008 | 0.012 | 0.016 | 0.020 |
| 吸光度A | 0.010 | 0.017 | 0.022 | 0.033 | 0.056 | 0.078 | 0.115 | 0.133 |

工作曲线最高段的吸光度差值与最低段吸光度差值之比为：

（0.133-0.115）/（0.033-0.010）=0.78＞0.7

3.4.1.2 适用于0.020%～0.10%钾的质量分数

移取0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL钾标准溶液(2.1.9)，分别置于一组100mL容量瓶中，加入5.0mL铝基体溶液(2.1.7)和4.0mL氯化铯溶液（2.1.5），用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪波长766.5nm处，采用空气 - 乙炔火焰，以水调零，测量钾的吸光度。结果见表13。

表13

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 钾质量分数，% | 0 | 0.020 | 0.040 | 0.060 | 0.080 | 0.10 |
| 吸光度A | 0.005 | 0.053 | 0.093 | 0.140 | 0.188 | 0.231 |

工作曲线最高段的吸光度差值与最低段吸光度差值之比为：

（0.231-0.188）/（0.053-0.005）=0.90＞0.7

3.4.1.3 适用于0.10%～0.50%钾的质量分数

移取0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL钾标准溶液(2.1.9)，分别置于一组100mL容量瓶中，加入1.0mL铝基体溶液(2.1.7)和4.0mL氯化铯溶液（2.1.5），用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪波长766.5nm处，采用空气 - 乙炔火焰，以水调零，测量钾的吸光度。结果见表14。

表14

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 钾质量分数，% | 0 | 0.10 | 0.20 | 0.30 | 0.40 | 0.50 |
| 吸光度A | 0.004 | 0.059 | 0.117 | 0.178 | 0.232 | 0.284 |

工作曲线最高段的吸光度差值与最低段吸光度差值之比为：

（0.284-0.232）/（0.059-0.004）=0.95＞0.7

3.4.1.4 适用于0.50%～1.0%钾的质量分数

移取0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL钾标准溶液(2.1.9)，分别置于一组100mL容量瓶中，加入0.5mL铝基体溶液(2.1.7)和4.0mL氯化铯溶液（2.1.5），用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪波长766.5nm处，采用空气 - 乙炔火焰，以水调零，测量钾的吸光度。结果见表15。

表15

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 钾质量分数，% | 0 | 0.20 | 0.40 | 0.60 | 0.80 | 1.0 |
| 吸光度A | 0.003 | 0.064 | 0.122 | 0.184 | 0.242 | 0.299 |

工作曲线最高段的吸光度差值与最低段吸光度差值之比为：

（0.299-0.242）/（0.064-0.003）=0.93＞0.7

3.5 分析结果的计算

按式（1）计算钾的质量分数：

 ………………………………（1）

式中：

—钾的质量分数，%；

—自工作曲线上查得的试样溶液的钾量，mg；

—自工作曲线上查得的随同试样所作的空白试验溶液的钾量，mg；

—试样的质量，g；

—稀释系数，6.4.3中四种情况的R值分别为l，5，25，50。

3.6 样品分析结果

GB/T 3190-201X《变形铝及铝合金化学成分》和GB/T 8733-2016《铸造铝合金锭》中要求钾含量不大于0.005%；GB/T 27677-2017《铝中间合金》中AlB3、AlB4、AlB5等要求钾含量不大于1.0%。含有钾元素的产品主要是铝钛硼合金和铝硼合金，我们收集了来自河北省、河南省数个铝钛硼和铝硼生产企业的产品，经过分析研究，选择了适合的样品，分析结果见表16。目前，我国企业都是采用氟硼酸钾和氟钛酸钾生产铝钛硼和铝硼合金产品，因此产品中钾的含量较高。对于收集不到合适产品的检测范围只能采用模拟样品进行测定。

模拟样品采用高纯铝基体加入适量钾标准溶液的方式进行合成。

表16

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 样品编号 | 分析结果，% | 样品溶解状况 |
| A（Al-B3） | 0.29 | 溶液清亮，无色 |
| B（Al-B3） | 0.27 | 溶液清亮，无色 |
| C（Al-B5） | 0.37 | 溶液清亮，无色 |
| D（Al-B5） | 0.75 | 溶液稍混，微红色 |
| E（Al-B8） | 0.46 | 溶液混，微红色 |
| F（Al-B8） | 0.92 | 溶液混，微呈棕红色 |

因此我们选择样品A、样品D和模拟样品，按照样品分析步骤进行样品分析，结果见表17。

表17 样品分析结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 模拟样1 % | 模拟样2 % | 模拟样3 % | 样品A % | 样品D % |
| 1 | 0.0012 | 0.0114 | 0.0611 | 0.290 | 0.750 |
| 2 | 0.0011 | 0.0110 | 0.0612 | 0.266 | 0.746 |
| 3 | 0.0012 | 0.0111 | 0.0613 | 0.282 | 0.769 |
| 4 | 0.0012 | 0.0109 | 0.0611 | 0.281 | 0.766 |
| 5 | 0.0012 | 0.0110 | 0.0608 | 0.288 | 0.750 |
| 6 | 0.0011 | 0.0117 | 0.0610 | 0.291 | 0.748 |
| 7 | 0.0011 | 0.0117 | 0.0612 | 0.294 | 0.732 |
| 8 | 0.0012 | 0.0111 | 0.0611 | 0.307 | 0.730 |
| 9 | 0.0012 | 0.0111 | 0.0613 | 0.270 | 0.760 |
| 10 | 0.0011 | 0.0112 | 0.0609 | 0.311 | 0.755 |
| 11 | 0.0012 | 0.0115 | 0.0609 | 0.284 | 0.795 |
| 平均值/% | 0.0012 | 0.0112 | 0.0611 | 0.288 | 0.755 |
| 标准偏差S | 0.00005 | 0.00028 | 0.00017 | 0.014 | 0.018 |

四、标准的水平分析

1、采用国际标准和国外先进标准的程度（IDT、MOD或NEQ）

GB/T20975.33—201X《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》是完全基于我国分析检测技术，国际标准和国外先进国家或组织均没有相同标准和规范。

2、国际、国外同类标准水平的对比分析

GB/T20975.33—201X《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》完全基于我国分析检测技术。本标准涉及内容全面、条款详细，在制定过程中吸纳了国内最新相关技术，达到了国内先进水平。

3、与现有标准及制定中标准协调配套的情况

本标准是GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》系列国家标准中的一部分，与GB/T 1196-2017《重熔用铝锭》、GB/T 8733-2016《铸造铝合金锭》、GB/T 3190-2008《变形铝及铝合金化学成分》等标准相配套，主要应用于分析铝及铝合金产品中钾含量；同时又与GB/T 20975.25《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》和GB/T 7999-2015《铝及铝合金光电直读发射光谱分析方法》互相配合，互为补充、衔接配套。

五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

1、本标准与现行标准属于协调一致标准，锌含量的检测是满足现有产品标准的发展需求而制定，是属于为现有标准服务配套标准。

2、本标不涉及与任何国家法律、法规、规章及强制国家标准冲突问题，标准的制定符合国家相关法律、法规、规章的要求。本标准所引用的规范性文件全部是我国现行有效的国家标准或行业标准，是本标准的一部分，引用这些标准后，使本标准等要求与现行的相关法律、法规、规章及相关标准的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

六、标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准不涉及任何专利或知识产权。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、标准作为强制性或推荐性的建议

 本标准是GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》系列国家标准中的一部分，建议本标准为推荐性国家标准。

九、贯彻标准的要求和措施建议

建议相关部门组织贯彻本标准的实施，采取有效措施向铝及铝合金产品的设计、生产、应用单位以及有关的检测机构宣贯本标准。建议本标准尽快发布，各相关单位及科研院所尽快开始执行本标准。

组织措施：建议由国家标准化管理委员会轻金属标准化委员会组织贯彻本标准的相关活动，利用各种条件，如工作组活动、标委会管理及活动、标准化技术期刊刊登、相关官网网上发布等。

技术措施：通过专家培训、技术交流等措施进行宣贯执行。

过渡办法：无。

十、废止现行有关标准的建议

本标准颁布实施后，建议废止YS/T 807.10-2012《铝中间合金化学分析方法 第10部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》。

十一、其他应予说明的事项

 本标准遵守下列基础标准：

 GB/T 1.1-2009 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则

 GB/T 20001.4-2015 标准编写规则 第4部分：试验方法标准

 GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语 14

 GB/T 11792 测试方法的精密度在重现性或再现性条件下所得测试结果可接受的检查和最终测试结果的确定

 GB/T 3101 有关量、单位和符合的一般原则

 GB/T 3102.8 物理化学和分子物理学的量和单位

 GB/T 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

 GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

十二、预期效果

近些年来，我国有色金属的发展日新月异，产量和质量都得到了极大的提高，其中铝作为主要的有色金属占有及其重要的地位，电解铝的产量已突破4000万吨，牢牢占据世界首位。随着我国经济的快速发展，各种牌号的铝合金产品不断涌现，铝合金的用途也日益广泛，广泛应用于建筑、食品、医药、航空航天、高铁轻轨等方方面面，其质量和分析检测方法也越来越受到多方面的关注。所以就必须有更加科学、准确、快速、更加适用的分析检测方法标准进行技术支撑，以满足各种产品化学成分分析检测。

GB/T 20975-201X《铝及铝合金化学分析方法》是我国铝及铝合金化学成分分析测定的仲裁标准，是我国铝行业基础标准之一，也是目前世界上检测项目最全、技术水平最高的分析方法标准。GB/T20975.33—201X《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》是我国铝及铝合金中钾含量测定的主要标准，是我国铝工业中分析检测的基础标准之一。随着我国铝工业的发展，新技术、新工艺的应用，新产品的开发，必须有更加科学、准确、快速、更加适用的分析、检测方法的标准进行技术支撑，以满足各种产品的化学成分分析、检测。

本次修订对原标准做了系统的修改、补充和完善，无论是在分析方法准确性还是在方法的适用性、前瞻性、可操作性上都有了很大的提高和扩充，达到国际先进水平要求。新版标准全面反映了我国铝及铝合金化学检测技术水平，有利于促进国内铝生产企业进一步完善分析检测手段，进一步提升产品质量，提升我国在军工、航空航天、食品、医药等领域的技术水平。能够满足中国铝工业的实际使用和未来发展的需求，为中国铝工业的发展提供了基础性的技术支撑。

《铝及铝合金化学分析方法 第33部分：钾含量的测定》编制组

 2019年6月

附件:

1、《实验报告》1份；

2、《复验报告》、《复核报告》、《验证报告》共9份。

**附录1：**

**试验验证数据汇总**

贵州省分析测试研究院按照《试验报告》进行了复验，对样品A、样品D和3个模拟样品（模拟样品采用高纯铝基体加入适量钾标准溶液的方式进行合成），按照样品分析步骤进行样品分析，结果见表18。

表18 样品分析结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 模拟样1 % | 模拟样2 % | 模拟样3 % | 样品A % | 样品D % |
| 1 | 0.0015 | 0.0106 | 0.0619 | 0.291 | 0.744 |
| 2 | 0.0015 | 0.0108 | 0.0623 | 0.293 | 0.738 |
| 3 | 0.0016 | 0.0110 | 0.0625 | 0.289 | 0.731 |
| 4 | 0.0015 | 0.0108 | 0.0610 | 0.288 | 0.75 |
| 5 | 0.0015 | 0.0112 | 0.0615 | 0.288 | 0.748 |
| 6 | 0.0016 | 0.0115 | 0.0625 | 0.291 | 0.738 |
| 7 | 0.0017 | 0.0114 | 0.0609 | 0.294 | 0.744 |
| 8 | 0.0016 | 0.0110 | 0.0618 | 0.297 | 0.732 |
| 9 | 0.0015 | 0.0113 | 0.0623 | 0.292 | 0.765 |
| 10 | 0.0016 | 0.0112 | 0.0619 | 0.293 | 0.758 |
| 11 | 0.0016 | 0.0114 | 0.0622 | 0.289 | 0.766 |
| 平均值/% | 0.0016 | 0.0111 | 0.0619 | 0.291 | 0.747 |
| 标准偏差S | 0.000067 | 0.00029 | 0.00056 | 0.0028 | 0.012 |
| 相对标准偏差% | 4.18 | 0.26 | 0.90 | 0.96 | 1.61 |

在模拟样1、模拟样2、模拟样3、样品A中分别加入一定量的K标液，按照实验方法进行加标回收试验，结果见表19。

表19 加标回收试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 样品含量μg | 加入量μg | 测得量μg | 回收率% |
| 模拟样1 | 7.5 | 15 | 22.6 | 100.4 |
| 30 | 36.2 | 96.5 |
| 60 | 67.3 | 99.7 |
| 模拟样2 | 55.5 | 150 | 205.6 | 100.0 |
| 300 | 355.3 | 99.9 |
| 600 | 655.2 | 100.0 |
| 模拟样3 | 309.5 | 300 | 609.1 | 99.9 |
| 600 | 909.4 | 100.0 |
| 1200 | 1508.2 | 99.9 |
| 样品A | 1455 | 600 | 2050 | 99.8 |
| 1200 | 2650.1 | 99.8 |
| 2000 | 3444.8 | 99.7 |

长沙矿冶研究院有限责任公司选择样品A、样品D和模拟样品，按照样品分析步骤进行样品分析，结果见表20。

表20 样品分析结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 模拟样1 % | 模拟样2 % | 模拟样3 % | 样品A % | 样品D % |
| 1 | 0.0010 | 0.0105 | 0.0602 | 0.272 | 0.722 |
| 2 | 0.0010 | 0.0098 | 0.0598 | 0.291 | 0.753 |
| 3 | 0.00099 | 0.0106 | 0.0603 | 0.268 | 0.749 |
| 4 | 0.0011 | 0.0103 | 0.0605 | 0.274 | 0.739 |
| 5 | 0.0010 | 0.0110 | 0.0607 | 0.279 | 0.789 |
| 6 | 0.00097 | 0.0102 | 0.0602 | 0.283 | 0.753 |
| 7 | 0.0010 | 0.0106 | 0.0610 | 0.292 | 0.728 |
| 8 | 0.0012 | 0.0105 | 0.0603 | 0.291 | 0.749 |
| 9 | 0.00096 | 0.0102 | 0.0601 | 0.269 | 0.735 |
| 10 | 0.0010 | 0.0108 | 0.0603 | 0.298 | 0.762 |
| 11 | 0.0011 | 0.0097 | 0.0605 | 0.301 | 0.783 |
| 平均值/% | 0.0010 | 0.0104 | 0.0604 | 0.283 | 0.751 |
| 标准偏差S | 0.000073 | 0.00039 | 0.00032 | 0.012 | 0.021 |

中铝山西新材料有限公司按分析方法，对样品A、样品D按照分析步骤进行分析，结果见表21。

表21 分析结果

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 测定次数 | 样品A % | 样品D % |
| 1 | 0.284 | 0.756 |
| 2 | 0.290 | 0.764 |
| 3 | 0.266 | 0.776 |
| 4 | 0.278 | 0.766 |
| 5 | 0.291 | 0.745 |
| 6 | 0.305 | 0.784 |
| 7 | 0.294 | 0.723 |
| 8 | 0.297 | 0.733 |
| 9 | 0.270 | 0.726 |
| 10 | 0.306 | 0.755 |
| 11 | 0.265 | 0.759 |
| 平均值/% | 0.286 | 0.753 |
| 标准偏差S | 0.014 | 0.019 |

昆明冶金研究院通过对两个不同含量铝合金样品进行独立的11次分析，分析结果见表22。

表22 精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测得钾的质量分数（%） | 平均值% | SD | RSD% |
| A | 0.288、0.278、0.264、0.292、0.266、0.258、0.296、0.281、0.297、0.288、0.278 | 0.280 | 0.013 | 4.73 |
| D | 0.746、0.755、0.742、0.788、0.725、0.747、 0.790、0.766、0.739、0.754、0.766 | 0.756 | 0.020 | 2.65 |
| 模拟样3 | 0.0612、0.0610、0.0608、0.0611、0.0614、0.0607、0.0606、0.0615、0.0612、0.0606、 0.0614 | 0.0610 | 0.00033 | 0.54 |

深圳市中金岭南有色金属股份有限公司按分析方法，对样品A、样品D和模拟样品，按照样品分析步骤进行样品分析，结果见表23。

表23 样品分析结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 模拟样1 % | 模拟样2 % | 模拟样3 % | 样品A % | 样品D % |
| 1 | 0.0010  | 0.0108  | 0.0607  | 0.292 | 0.735 |
| 2 | 0.0011  | 0.0107  | 0.0611  | 0.296 | 0.751 |
| 3 | 0.0010  | 0.0111  | 0.0613  | 0.285 | 0.725 |
| 4 | 0.0012  | 0.0109  | 0.0611  | 0.274 | 0.718 |
| 5 | 0.0011  | 0.0110  | 0.0606  | 0.262 | 0.735 |
| 6 | 0.0011  | 0.0108  | 0.0611  | 0.286 | 0.740 |
| 7 | 0.0011  | 0.0113  | 0.0602  | 0.297 | 0.729 |
| 平均值/% | 0.00109  | 0.0109  | 0.061  | 0.285  | 0.733  |
| 标准偏差 | 0.0001  | 0.0002  | 0.00039  | 0.01267  | 0.01069  |
| 相对标准偏差/% | 6.356  | 1.892  | 0.634  | 4.454  | 1.458  |

山东兖矿轻合金有限公司按照样品分析步骤对中国铝业股份有限公司郑州研究院提供的样品进行了分析，结果见表24。

表24 样品分析结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 分析结果/% | 平均值/% | 标准偏差 | 相对标准偏差% |
| 样品A | 0.258、0.289、0.275、0.295、0.275、0.298、0.293、0.311、0.288、0.307、0.298 | 0.290 | 0.015 | 5.17 |
| 样品D | 0.765、0.735、0.758、0.761、0.748、0.758、0.729、0.744、0.754、0.758、0.784 | 0.754 | 0.015 | 1.99 |

中铝材料应用研究院有限公司按照起草单位提供的试验报告，对实验数据进行验证，实验结果见表25。

表25 方法的精密度

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 模拟样1 % | 模拟样2 % | 模拟样3 % | 样品A % | 样品D % |
| 1 | 0.0010  | 0.0099  | 0.0596 | 0.266 | 0.749 |
| 2 | 0.0011  | 0.0110  | 0.0590 | 0.283 | 0.728 |
| 3 | 0.0010  | 0.0101  | 0.0603 | 0.291 | 0.755 |
| 4 | 0.0010  | 0.0104  | 0.0605 | 0.294 | 0.735 |
| 5 | 0.0012  | 0.0098  | 0.0592 | 0.276 | 0.739 |
| 6 | 0.0011  | 0.0105  | 0.0589 | 0.289 | 0.729 |
| 7 | 0.0010  | 0.0109  | 0.0609 | 0.298 | 0.731 |
| 8 | 0.0010  | 0.0097  | 0.0604 | 0.281 | 0.752 |
| 9 | 0.0012  | 0.0109  | 0.0611 | 0.269 | 0.732 |
| 10 | 0.0011  | 0.0112  | 0.0591 | 0.287 | 0.749 |
| 11 | 0.0010  | 0.0103  | 0.0597 | 0.298 | 0.761 |
| 平均值/% | 0.0011  | 0.0104  | 0.0599  | 0.285 | 0.742 |
| 标准偏差S | 0.00001 | 0.0005 | 0.0008 | 0.011 | 0.012 |

内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司按照样品分析步骤对我们对其提供的样品进行了测定。测定结果见表26。

表26 样品分析结果

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 测定次数 | 样品A % | 样品D % |
| 1 | 0.287 | 0.747 |
| 2 | 0.293 | 0.790 |
| 3 | 0.290 | 0.760 |
| 4 | 0.288 | 0.760 |
| 5 | 0.286 | 0.754 |
| 6 | 0.285 | 0.758 |
| 7 | 0.284 | 0.752 |
| 8 | 0.283 | 0.730 |
| 9 | 0.273 | 0.728 |
| 10 | 0.280 | 0.736 |
| 11 | 0.281 | 0.757 |
| 平均值/% | 0.285 | 0.752 |
| 标准偏差S | 0.005 | 0.017 |

北矿检测对其提供的5个铝及铝合金样品进行了7次测定，结果见表27。

表27 精密度试验（n=7）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 模拟样1% | 模拟样2% | 模拟样3% | 样品A% | 样品 D% |
| 1 | 0.0010 | 0.0108 | 0.0587 | 0.282 | 0.740 |
| 2 | 0.0009 | 0.0104 | 0.0582 | 0.277 | 0.761 |
| 3 | 0.0012 | 0.0106 | 0.0591 | 0.275 | 0.768 |
| 4 | 0.0011 | 0.0110 | 0.0588 | 0.264 | 0.760 |
| 5 | 0.0009 | 0.0108 | 0.0593 | 0.278 | 0.748 |
| 6 | 0.0010 | 0.0110 | 0.0585 | 0.280 | 0.730 |
| 7 | 0.0009 | 0.0104 | 0.0590 | 0.269 | 0.728 |
| 平均值，% | 0.0010 | 0.0107 | 0.0588 | 0.275 | 0.748 |
| 标准偏差S | 0.00011 | 0.00023 | 0.00035  | 0.0059 | 0.015 |
|  RSD% | 10.69 | 2.20 | 0.59 | 2.15 | 1.96 |

表28 重复性限、再现性限计算结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 　序号 | 模拟样品1 | 模拟样品2 | 模拟样品3 | 样品A | 样品D |
| 重复性标准差Sr | 0.00007 | 0.00035  | 0.00047  | 0.0079  | 0.0130  |
| 再现性标准差SR | 0.00010  | 0.00049  | 0.00105  | 0.0116  | 0.0170  |
| 重复性限r | 0.00020  | 0.00098  | 0.00132  | 0.0223  | 0.0368  |
| 再现性限R | 0.00028  | 0.00139  | 0.00296  | 0.0328  | 0.0482  |