**铝及铝合金化学分析方法**

 **第20部分：镓含量的测定**

**丁基罗丹明B分光光度法**

编制说明

(送审稿)

《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定》编制组

主编单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司

2019年9月

铝及铝合金化学分析方法

第20部分：镓含量的测定

丁基罗丹明B分光光度法

（送审稿编制说明）

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/T20975.20—201X《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》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20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》的起草基本思路。

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20173495-T-610，项目完成时间为2019年12月。

项目承担单位“中国铝业郑州有色金属研究院有限公司”名称于2019年6月10日变更为“中铝郑州有色金属研究院有限公司”，因此本部分负责单位变更为：中铝郑州有色金属研究院有限公司。

2 项目编制工作组单位简介

根据在云南省昆明市召开的任务落实会议确定情况，由中铝郑州有色金属研究院有限公司负责GB/T20975.20—201X《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》，由长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、中铝矿业有限公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、中铝山西新材料有限公司等六家单位共同编制。

**2.1 中铝郑州有色金属研究院有限公司**

 中铝郑州有色金属研究院有限公司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。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，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。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2011年通过国家实验室认可，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）等先进大型精密分析仪器设备。

**2.4 中铝矿业有限公司**

中铝矿业有限公司具有年供矿400万吨，年产氧化铝200万吨、碳素制品12万吨、金属镓40吨，年自发电15亿千瓦时的生产能力。拥有铝土矿资源保有储量1.5亿吨。生产指挥保障中心专职从事科技管理、技术开发、分析检测、高纯镓和超细氢氧化铝系列产品开发及生产。主要任务是围绕公司生产经营和科技发展，研究开发新工艺、新技术、新产品，组织科技计划项目的实施，承担进厂原燃料、出厂产品和部分过程样品的质量检测，承担公司大型窑炉的热工测定，负责金属镓深加工及其衍生产品的开发及生产。

**2.5 河北四通新型金属材料股份有限公司**

河北四通新型金属材料股份有限公司专业从事功能性中间合金新材料的研发、制造和销售，是国内最大的中间合金生产企业之一；是国家火炬计划重点高新技术企业、河北省高新技术企业、河北省创新型企业、科技型中小企业和河北省首批“专精特新”企业；通过了ISO9001质量管理体系认证、ISO/TS 16949汽车行业质量管理体系认证、ISO14001环境管理体系认证和CNAS 实验室认证；是中国有色金属工业协会理事单位、钛工业进展常务理事单位、中国材料进展常务理事单位；拥有国家国际科技合作基地、河北省企业技术中心、省级航空航天金属材料工程技术研究中心和省级院士工作站；是“十二五”国家高技术发展计划（863计划）新材料技术领域“新型轻质与高强韧耐蚀合金及其构件精密制备技术”主题项目的牵头单位；国家国际科技合作项目“航空航天用新型铝合金晶粒细化剂制备技术联合研发”的承担单位；国家标准《铝中间合金》（GB/T 27677-XXXX）的起草单位。共拥有6项国家发明专利，15项实用新型专利，14项非专利技术，多项储备和研发产品项目。

**2.6 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。

3、主要工作过程（征求意见过程，讨论会情况）和工作内容

3.1 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/T20975.20—201X《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》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。

3.2 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 20975.20、GB/T 20975.25、GB/T 20975.33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。

3.3 预审会议情况

2019年6月25日～26日，全国有色金属标准化委员会在青岛召开标准预审会，来自东北轻合金有限责任公司、广州省工业分析检测中心、贵州省分析测试研究院、国标（北京）检验认证有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、昆明冶金研究院、河北四通新材料有限公司、中铝矿业有限公司等二十多家单位对GB/T 20975.20《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定》等标准进行了预审，经过与会专家认真仔细的讨论，针对标准名称一致性、标准文本格式、计算公式表达、重复性限与再现性限数据处理等内容提出了意见和建议。项目组根据意见和建议，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，编制了《送审稿》和《送审稿编制说明》。

3.4 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/T20975.20—201X《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》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/T20975.20—201X《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》起草第一次工作会议，会上确定了GB/T 20975.20-201X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/T20975.20—201X《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》，镓的测定范围为0.005%～0.12%。

我们在总结过去工作经验的基础上，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/T20975.20—201X《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》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，还包括中铝洛阳铜业有限公司、包头铝业有限公司、中铝矿业有限公司等企业，以及华南理工大学、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的本部分规定了丁基罗丹明B分光光度法测定铝及铝合金中镓含量的方法。” | 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 | 8.4.210.1、10.2 | 表格均取消标题 | 东北轻合金有限公司 | 采纳 |  |
| 9 | 8.4.2 | 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 | 10 | 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、中铝矿业有限公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、中铝山西新材料有限公司等单位联系，对标准进行复验复核。5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5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 20975.8-201X《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》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 测定范围的选择

GB/T 20975.20-2008《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》中规定镓的测定范围为0.005%～0.050%，能够满足标准颁布实施当时各种牌号铝及铝合金中镓含量分析测定的需求。此次标准起草中，项目小组经过查询GB/T 27677－2017《铝中间合金》、GB/T 8733－2016《铸造铝合金锭》、GB/T 3190－201X《变形铝及铝合金化学成分》、GB/T 1196－2017《重熔用铝锭》、YS/T 275－2008《高纯铝》、YS/T 665－2009《重熔用精铝锭》等相关铝及铝合金产品标准，发现在GB/T 3190－201X《变形铝及铝合金化学成分》中“8B02”牌号规定镓的质量分数要求在0.01%～0.10%，为了满足该牌号分析镓含量的要求，将镓的测定范围定为0.005%～0.12%。

3.2 萃取剂的选择

 从GB/T 6987.20-1986《铝及铝合金化学分析方法 丁基罗丹明B分光光度法测定镓含量》到GB/T 6987.20-2001《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》，再到GB/T 20975.20-2008《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》，萃取CaCl4-与丁基罗丹明B生成的紫红色络合物一直采用苯作为萃取剂。2017年9月13日哈尔滨会议上，有代表提出：“Ga元素建议将方法中的苯换为甲苯”的意见和建议，理由是甲苯和苯的性质接近，甲苯毒性小于易致癌有毒试剂苯，有利于分析人员身体健康。项目组查阅相关资料发现，甲苯属于易制毒化学品，根据《危险化学品安全管理条例》、《易制毒化学品管理条例》受公安部门管制，采购、使用等均不方便；而苯不受管制。综合考虑，建议继续用“苯”作为萃取剂，不采用“甲苯”。

3.3 共存离子的影响

我们通过对GB/T 27677－2017《铝中间合金》、GB/T 8733－2016《铸造铝合金锭》、GB/T 3190－201X《变形铝及铝合金化学成分》、GB/T 1196－2017《重熔用铝锭》、YS/T 275－2008《高纯铝》、YS/T 665－2009《重熔用精铝锭》等相关铝及铝合金产品标准中分析检测镓含量的牌号进行查对，在不考虑高含量Si对镓元素的干扰时，镓含量范围为0.001%～0.12%，需要考虑的铝及铝合金牌号为：1.0%Fe（8176）对Ga（0.03%）的影响；1.4%Mn（3104）对Ga（0.05%）的影响；0.25%Cr（7278）对Ga（0.01%）的影响；0.25%Zr（7180A）对Ga（0.03%）的影响；3.9%Cu（2050）对Ga（0.05%）的影响；3.2%Mg（7278）对Ga（0.03%）的影响；7.4%Zn（7278）对Ga（0.03%）的影响；0.7%Ag（2050）对Ga（0.05%）的影响；1.3%Li（2050）对Ga（0.05%）的影响；1.1%Bi（6068）对Ga（0.03%）的影响；0.40%Pb（6068）对Ga（0.03%）的影响等共11种情况。按照GB/T 20975.20-2008《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》的规定，称样量为0.20g。计算的共存元素最大量见表1。

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 最大量共存元素合金牌号 | 镓的质量分数/% | 试料量/g | 共存元素最大量/mg |
| 7.4%Zn（7278） | 0.03 | 0.20 | 14.8 |
| 3.9%Cu（2050） | 0.05 | 0.20 | 7.8 |
| 3.2%Mg（7278） | 0.03 | 0.20 | 6.4 |
| 1.4%Mn（3104） | 0.05 | 0.20 | 2.8 |
| 1.0%Fe（8176） | 0.03 | 0.20 | 2 |
| 0.7%Ag（2050） | 0.05 | 0.20 | 1.4 |
| 1.3%Li（2050） | 0.05 | 0.20 | 2.6 |
| 1.1%Bi（6068） | 0.03 | 0.20 | 2.2 |
| 0.25%Zr（7108A） | 0.03 | 0.20 | 0.5 |
| 0.25%Cr（7278） | 0.03 | 0.20 | 0.5 |
| 0.40%Pb（6068） | 0.03 | 0.20 | 0.8 |
| 0.25%Sn（8B02） | 0.01 | 0.20 | 0.5 |
| 0.50%Bi（8B02） | 0.01 | 0.20 | 1.0 |
| 0.10%B（8B02） | 0.01 | 0.20 | 0.2 |

按照GB/T 20975.20-2008《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》进行单元素干扰试验，结果见表2。

表2 共存元素干扰试验（3.00μg镓）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 共存离子 | 共存离子加入量（mg） | 加入形式 | 测得镓量（μg） | 回收率（%） |
| Si4+ | 1.0 | Na2SiO3 | 3.00 | 100.0 |
| Fe3+ | 2.0 | FeCl3 | 3.03 | 101.0 |
| Cu2+ | 8.0 | CuSO4 | 3.05 | 101.7 |
| Mg2+ | 6.5 | MgSO4 | 3.02 | 100.7 |
| Mn2+ | 3.0 | MnSO4 | 3.00 | 100.0 |
| Zn2+ | 15.0 | ZnSO4 | 2.98 | 99.3 |
| B3+ | 0.2 | NaBF4 | 3.00 | 100.0 |
| Zr4+ | 0.5 | ZrOCl2 | 3.01 | 100.7 |
| Cr6+ | 0.5 | K2Cr2O7 | 3.00 | 100.0 |
| Sn2+ | 0.5 | SnCl2 | 2.99 | 99.7 |
| Ag+ | 1.5 | AgNO3 | 3.00 | 100.0 |
| Li+ | 3.0 | Li2CO3 | 3.00 | 100.0 |
| Bi2+ | 2.5 | Bi(NO3)2 | 3.00 | 100.0 |
| Pb2+ | 1.0 | Pb(NO3)2 | 3.00 | 100.0 |

由表3可以看出：试液中1.0mg硅，2.0mg铁，8.0mg铜，6.5mg镁，3.0mg锰、锂，15.0mg锌，0.5mg铬、锆、锡，0.2mg硼， 1.5mg银，2.5mg铋，1.0mg铅（以上非最大量），对3.00μg镓的测定无干扰。

合金中共存的其他元素含量很低，基本都在微克量级，不干扰测定。

3.4 样品分析

 镓的测定范围定为0.005%～0.12%，一般铝及铝合金中镓含量都在0.00X%～0.0X%，由于无法找到GB/T 3190－201X《变形铝及铝合金化学成分》中8B02牌号铝合金，因此大于0.05%镓的测定采取模拟样品进行分析。

3.4.1 分析步骤

 称取0.20g试料置于150mL烧杯中，盖上表皿，加入20mL盐酸（2.1.4），待剧烈反应停止后，滴加2滴～3滴过氧化氢（2.1.1），加热至完全溶解，冷却，用盐酸（2.1.4）将试液移入100mL容量瓶中，以盐酸（2.1.4）稀释至刻度，混匀。

 按表3移取试液于干燥的125mL分液漏斗中。以下按照试验方法（2.2）进行。

表3

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 镓的质量分数/% | 移取试液体积/mL | 补加盐酸（2.1.4）体积/mL |
| 0.005～0.025 | 10.00 | 0 |
| ＞0.025～0.050 | 5.00 | 5.0 |
| ＞0.050～0.12 | 2.00 | 8.0 |

3.4.2 工作曲线的绘制

 移取0mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL镓标准溶液（2.1.8）于一组干燥的125mL分液漏斗中，依次加入10.0mL、9.0mL、8.0mL、7.0mL、6.0mL、5.0mL盐酸（2.1.4），以下按照试验方法（2.2）进行。以镓量为横坐标，吸光度（减去试剂空白溶液的吸光度）为纵坐标，绘制工作曲线。

3.4.3 样品分析结果

按照分析步骤（3.3.1），对不同含镓量的5个样品进行独立的11次分析，分析结果见表4。

表4 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果/%  | 平均值/% | SD  | ICP-AES分析结果/% |
| 纯铝-2 | 0.00631、0.00638、0.00635、0.00639、0.00642、0.00623、0.00625、0.00631、0.00631、0.00615、0.00616 | 0.00630 | 0.00009 | 0.00633、0.00626、0.00629 |
| 纯铝-3 | 0.0142、0.0140、0.0138、0.0146、0.0138、0.0136、0.0140、0.0141、0.0134、0.0140、0.0151 | 0.0141 | 0.0005 | 0.0140、0.0142、0.0142 |
| E6302 | 0.0350、0.0338、0.0346、0.0352、0.0342、0.0335、0.0331、0.0349、0.0339、0.0348、0.0334 | 0.0342 | 0.0007 | 0.0340、0.0344、0.0344 |
| 纯铝-6 | 0.0615、0.0628、0.0635、0.0621、0.0611、0.0612、0.0628、0.0612、0.0628、0.0612、0.0623 | 0.0620 | 0.0009 | 0.0624、0.0630、0.0626 |
| 模拟样 | 0.115、0.110、0.115、0.112、0.109、0.109、0.109、0.115、0.112、0.115、0.112 | 0.112 | 0.0025 | 0.109、0.111、0.114 |

注：模拟样品为样品（纯铝-6）+100μg镓。

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/T20975.20—201X《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》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/T20975.20—201X《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》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镓含量；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GB/T 20975.20—2008《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》。

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/T 20975.20—201X《铝及铝合金化学分析方法 第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法》是我国铝及铝合金中镓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30部分：镓含量的测定》编制组

 2019年9月

附件:

1、《实验报告》1份；

2、《复验报告》、《复核报告》、《验证报告》共5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，按照分析步骤对不同含镓量的5个样品进行独立的11次分析，分析结果见表5。

表5 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果/%  | 平均值/% | SD | ICP-AES分析结果/% |
| 纯铝-2 | 0.00632、0.00628、0.00630、0.00621、0.00627、0.00632、0.00619、0.00628、0.00613、0.00624、0.00632 | 0.00626 | 0.00006 | 0.00632、0.00627、0.00621 |
| 纯铝-3 | 0.0138、0.0142、0.0145、0.0137、0.0130、0.0141、0.0141、0.0135、0.0136、0.0146、0.0132 | 0.0138 | 0.0005 | 0.0145、0.0136、0.0135 |
| E6302 | 0.0338、0.0342、0.0349、0.0335、0.0331、0.0345、0.0329、0.0344、0.0333、0.0329、0.0347 | 0.0338 | 0.0007 | 0.0338、0.0345、0.0344 |
| 纯铝-6 | 0.0609、0.0611、0.0613、0.0619、0.0620、0.0629、0.0609、0.0608、0.0610、0.0614、0.0612 | 0.0614 | 0.0006 | 0.0609、0.0611、0.0619 |
| 模拟样 | 0.116、0.112、0.105、0.106、0.118、0.109、0.114、0.108、0.108、0.108、0.111 | 0.110 | 0.0043 | 0.109、0.110、0.114 |

长沙矿冶研究院有限责任公司按照分析步骤对不同含镓量的5个样品进行独立的11次分析，分析结果见表6。

表6 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果/%  | 平均值/% | SD | ICP-AES分析结果/% |
| 纯铝-2 | 0.00655、0.00632、0.00645、0.00659、0.00642、0.00633、0.00635、0.00653、0.00658、0.00628、0.00634 | 0.00643 | 0.00012 | 0.00633、0.00636、0.00639 |
| 纯铝-3 | 0.0149、0.0145、0.0138、0.0150、0.0148、0.0152、0.0140、0.0146、0.0138、0.0146、0.0152 | 0.0146 | 0.00051 | 0.0149、0.0150、0.0146 |
| E6302 | 0.0352、0.0338、0.0346、0.0358、0.0348、0.0355、0.0342、0.0352、0.0346、0.0342、0.0354 | 0.0348 | 0.00063 | 0.0345、0.0354、0.0349 |
| 纯铝-6 | 0.0635、0.0622、0.0632、0.0622、0.0618、0.0628、0.0626、0.0632、0.0638、0.0642、0.0633 | 0.0630 | 0.00074 | 0.0624、0.0630、0.0626 |
| 模拟样 | 0.116、0.113、0.114、0.113、0.116、0.110、0.108、0.115、0.114、0.112、0.110 | 0.113 | 0.0026 | 0.113、0.114、0.114 |

中铝矿业有限公司按照分析步骤对不同含镓量的5个样品进行独立的11次分析，分析结果见表7。

表7 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果/%  | 平均值/% | SD |
| 纯铝-2 | 0.00617、0.00634、0.00636、0.00643、0.00632、0.00632、0.00621、0.00627、0.00613、0.00615、0.00631 | 0.00627 | 0.0001 |
| 纯铝-3 | 0.0139、0.0132、0.0153、0.0142、0.0142、0.0140、0.0145、0.0152、0.0132、0.0142、0.0146 | 0.0142 | 0.00068 |
| E6302 | 0.0353、0.0348、0.0354、0.0348、0.0338、0.0339、0.0348、0.0351、0.0348、0.0342、0.0345 | 0.0347 | 0.00053 |
| 纯铝-6 | 0.0616、0.0636、0.0611、0.0612、0.0628、0.0629、0.0623、0.0625、0.0612、0.0625、0.0633 | 0.0622 | 0.00088 |
| 模拟样 | 0.112、0.116、0.110、0.110、0.113、0.113、0.116、0.112、0.115、0.115、0.115 | 0.113 | 0.0022 |

中铝山西新材料有限公司按照分析步骤对不同含镓量的4个样品进行独立的11次分析，分析结果见表8。

表8 样品分析结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 纯铝-2 | 纯铝-3 | E6302 | 纯铝-6 |
| 1 | 0.0065 | 0.0141 | 0.0342 | 0.0621 |
| 2 | 0.0066 | 0.0142 | 0.0345 | 0.0623 |
| 3 | 0.006 | 0.0142 | 0.0343 | 0.0624 |
| 4 | 0.0064 | 0.0140 | 0.0341 | 0.0621 |
| 5 | 0.0065 | 0.0141 | 0.0340 | 0.0622 |
| 6 | 0.0063 | 0.0143 | 0.0345 | 0.0625 |
| 7 | 0.0064 | 0.0145 | 0.0339 | 0.0621 |
| 8 | 0.0065 | 0.0142 | 0.0338 | 0.0615 |
| 9 | 0.0066 | 0.0139 | 0.0340 | 0.0618 |
| 10 | 0.0062 | 0.0142 | 0.0342 | 0.0617 |
| 11 | 0.0064 | 0.0139 | 0.0344 | 0.0613 |
| 平均值/% | 0.0064  | 0.0142  | 0.0342  | 0.0620  |
| SD | 0.00017  | 0.0002  | 0.0002  | 0.0004  |

河北四通新型金属材料股份有限公司对中国铝业郑州有色金属研究院有限公司提供的样品进行分析，分析结果见表9。

表9 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差 | RSD/% |
| 纯铝-2 | 0.0060、0.0061、0.0059、0.0060、0.0065、0.0058、0.0062、0.0060、0.0059、0.0061、0.0062 | 0.0061 | 0.0002 | 3.28 |
| 纯铝-3 | 0.0137、0.0142、0.0139、0.0142、0.0143、0.0138、0.0141、0.0142、0.0139、0.0141、0.0138 | 0.0140 | 0.0002 | 1.43 |
| E6302 | 0.0349、0.0345、0.0339、0.0341、0.0342、0.0348、0.0346、0.0342、0.0345、0.0347、0.0342 | 0.0344 | 0.0003 | 0.87 |
| 纯铝-6 | 0.062、0.059、0.061、0.058、0.062、0.063、0.060、0.061、0.062、0.063、0.059 | 0.061 | 0.0017 | 2.79 |
| 模拟样 | 0.112、0.109、0.113、0.108、0.111、0.107、0.112、0.113、0.110、0.109、0.107 | 0.110 | 0.0023 | 2.090 |

表10 重复性限、再现性限计算结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 纯铝2 | 纯铝3 | E6302 | 纯铝6 | 模拟样 |
| 重复性标准差Sr | 0.00013 | 0.00047 | 0.00055 | 0.00096 | 0.00289 |
| 再现性标准差SR | 0.00017 | 0.00052 | 0.00064 | 0.00115 | 0.00382 |
| 重复性限r | 0.00037 | 0.00132 | 0.00154 | 0.00272 | 0.00816 |
| 再现性限R | 0.00049 | 0.00147 | 0.00180 | 0.00324 | 0.0108 |