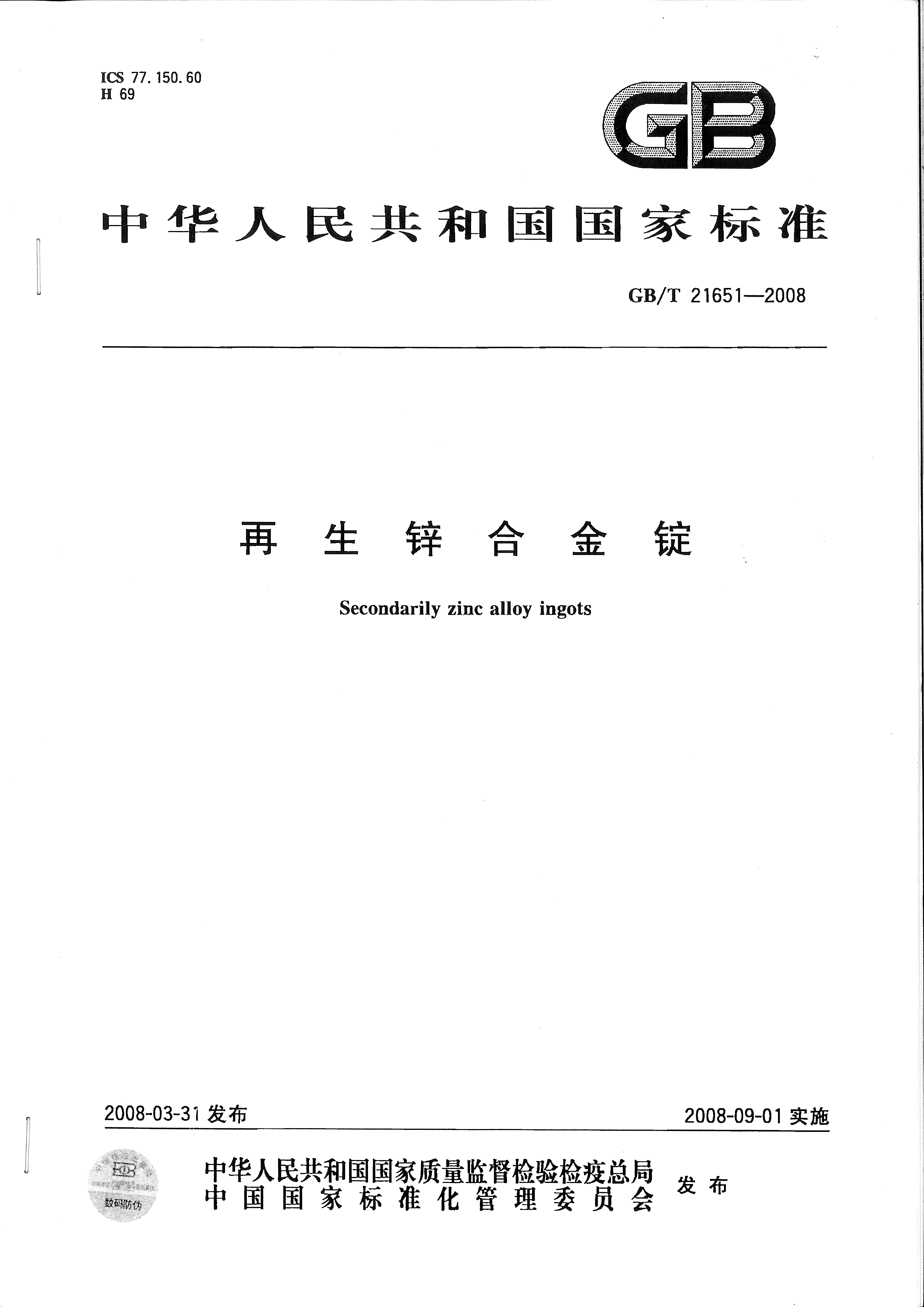
**ICS 77.150.40**

ICS 77.120.40

CCS H 13



**H 69**

中华人民共和国国家标准

GB/T XXX.5-202X

镍合金化学分析方法

第5部分:铝含量的测定

氧化亚氮-火焰原子吸收光谱分析法和

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of nickel alloys—

Part 5：Determination of aluminium content—

Nitrous oxide- flame atomic absorption spectrometry and

inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（ISO 7530-7:1992, Nickel alloys - Determination of aluminium content -

Fame atomic absorption spectrometric analysis, MOD）

（送审稿）

20XX-XX-XX发布 20XX-XX-实施

国家市场监督管理总局

发布

国家标准化管理委员会

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。

本文件是GB/T XXXX《镍合金化学分析方法》的第5部分。GB/T xxx已经发布了以下部分:

——第1部分：铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；

——第2部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第3部分：硅含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和钼蓝分光光度法；

——第4部分：钒含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：铝含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

本文件方法1修改采用ISO 7530-7:1992《镍合金 铝含量的测定 火焰原子吸收光谱法》。本文件与ISO 7530-7:1992 相比在结构上有较多调整，附录A中列出了本文件与ISO 7530-7:1992 的章条编号对照一览表。

本文件方法1与7530-7:1992相比存在技术性差异，在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线（|）进行了标示。这些技术差异及其原因一览表见附录B

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、金川集团甘肃精普检测科技有限公司、云南华联锌铟股份有限公司质检中心、广东省科学院工业分析检测中心、铜陵有色金属集团控股有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、北矿检测技术股份有限公司、山西太钢不锈钢股份有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、防城港市东途矿产检测有限公司、酒泉钢铁（集团）有限责任公司、中国检验认证集团广西有限公司、山西北方铜业股份有限公司、中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司、湖南有色金属研究院有限责任公司、浙江华友钴业股份有限公司、呼伦贝尔驰宏矿业股份有限公司。

本文件主要起草人：。

引 言

镍合金普遍用于仪器仪表、电子通讯、压力容器、耐蚀装置，广泛用于航天航空以及高端特殊用途的机器设备制造等工业，是工业发展重要的金属原料之一。镍合金中添加铝可以使材料具有合适的强度和硬度以及较低的熔点和较高的电导率，可用于对合金的形状记忆有要求的领域。镍合金化学分析方法国际标准已经存在数十年，随着我国工业进步，对高端金属材料镍合金的生产和进出口需求增大，为此，将国际标准转化为国家标准对助力有色工业发展升级和国内制造业发展具有重要意义。GB/T XXXX旨在建立一套完整且切实可行的检验镍合金中铬、磷、铌、钼、铝、钒、硅、钴、铜等元素的标准方法，转化以下国际标准：

——ISO 7592:2017镍合金 铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；

——ISO 9388:1992镍合金 磷含量的测定 钼蓝分子吸收光谱法；

——ISO 7530:2015镍合金 火焰原子吸收光谱分析 第1部分：钴、铬、铜、铁和锰的测定；

——ISO 11435:2011镍合金 钼含量的测定 电感耦合等离子体/原子发射光谱法；

——ISO 7530-7:1992镍合金 火焰原子吸收光谱分析第7部分：铝含量的测定；

——ISO 7530-8:1992镍合金 火焰原子吸收光谱分析第8部分：硅含量的测定；

——ISO 7530-9:1993镍合金 火焰原子吸收光谱分析第9部分：钒含量的测定；

——ISO 22033:2011镍合金 铌含量的测定 电感耦合等离子体/原子发射光谱法；

——ISO 11436:1993镍和镍合金 总硼含量的测定 姜黄分子吸收光谱法。

GB/T XXXX拟由9个部分组成：

——第1部分：铬含量的测定 硫酸亚铁铵电位滴定法；

——第2部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第3部分：硅含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和钼蓝分光光度法；

——第4部分：钒含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第5部分：铝含量的测定 氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第6部分：钼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第7部分：钴、铬、铜、铁和锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第8部分：铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第9部分：总硼含量的测定 姜黄素分光光度法。

本文件可以确保国家标准的先进性，促进我国镍合金检测技术的进步，保证行业从业人员在生产、应用、科研、检测过程中有标准可依，准确分析镍合金中铝的化学成分，对指导镍合金加工工艺则有着尤为关键的作用，填补我国在镍合金中铝含量的测定化学分析方法的空白。

镍合金化学分析方法第5部分:铝含量的测定

氧化亚氮-火焰原子吸收光谱分析法和电感耦合等离子体原子发射光谱法

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1范围

本文件描述了镍合金中铝含量的测定方法。

本文件适用于镍合金中铝含量的测定。方法1测定范围：0.20 %～4.00 %；方法2测定范围：0.0050 %～7.00 %。本文件测定范围重叠区间的仲裁方法为方法2。

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/T6682 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方法1氧化亚氮-火焰原子吸收光谱法

4.1原理

试样在酸中溶解，蒸至近干。在稀王水介质中，加入电离抑制剂（必要时），此为试验溶液。将试验溶液吸入原子吸收光谱仪的氧化亚氮火焰中，于原子吸收光谱仪波长309.3 nm处，使用氧化亚氮火焰，测量铝的吸光度，用工作曲线法计算铝的含量。

4.2试剂

除非另有说明，在分析过程中仅使用认可的分析纯试剂以及蒸馏水或相当纯度的水。

4.2.1硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

4.2.2 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

4.2.3 氢氟酸（ρ=1.15 g/mL）。

4.2.4 高氯酸（ρ=1.67 g/mL）。

4.2.5 双氧水（30%）。

4.2.6 盐酸（1+1）。

4.2.7硝酸-盐酸混酸，将25 mL硝酸(4.2.1)和75 mL盐酸(4.2.2)小心混合，混合液不稳定，现用现配。

警告：这种混酸腐蚀性很强，不稳定，静置时会有有毒气体氯气释放出来，应在通风柜中配制和使用，不应保存在密闭容器中。

4.2.8 氯化钾溶液（48 g/L）。

称取48 g氯化钾于600 mL烧杯中，加入500 mL水溶解，转移到1000 mL容量瓶中，混匀。氯化钾不宜含有重金属。

4.2.9铝标准贮存溶液（1000 µg/mL）。

称取1.000 g铝金属（*w*Al≥99. 9 %，精确至0.001 g）于400 mL烧杯中，加入一小滴汞， 30 mL盐酸溶液（4.2.6），加热至完全溶解。用7厘米的快速滤纸将溶液过滤到400 mL烧杯中。用100 mL温水清洗滤纸。向滤液中加入85 mL盐酸(4.2.2)，冷却后移入1000 mL容量瓶中。用水稀释至刻度，混匀，然后存储于聚乙烯瓶中保存。

警告——水银是剧毒的，有明显的蒸气压。它必须储存在坚固、密闭的容器中。液态汞必须以能够立即控制和彻底清除泄漏的方式转移

注意:按照当地规定丢弃汞。

4.2.10铝标准溶液（100 µg/mL）。

移取100.00 mL的铝标准贮存溶液(4.2.9)于1000 mL容量瓶中，加入90 mL盐酸(4.2.2)。用水稀释至800 mL左右，冷却，用水稀释至刻度，混匀，存储于聚乙烯瓶中保存。

4.3 仪器

4.3.1原子吸收光谱仪, 附铝空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，所使用的原子吸收光谱仪凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，铝的特征浓度应不大于0.4 µg/mL；

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量11次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0 %；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量11次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.50 %；

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成5段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.7。

警告：应密切遵循制造商的建议，并特别注意以下安全点。

a) 乙炔的爆炸性性质及其使用规定。

b) 需要通过有色玻璃来保护操作者的眼睛免受紫外线辐射。

c) 需要保持燃烧器远离沉积物，因为一个严重堵塞的燃烧器可能会引起闪回。

d) 需要确保捕水器充满水。

e) 需要在测试溶液、空白液和/或校准溶液之间吸入蒸馏水清洗。

f) 所使用的原子吸收光谱仪应应配备适用于空气/乙炔和一氧化二氮/乙炔火焰的燃烧器。该仪器应适合在制造商推荐的电流下使用单元件或多元件空心阴极灯进行工作。

4.3.2 聚四氟乙烯烧杯，容量100 mL或250 mL。

4.3.3 聚苯乙烯移液管。

4.3.4 聚丙烯容量瓶。

4.4取样和样品制备

4.4.1样品的取样和制备应按买卖双方的协议程序进行，在发生争议时，按相应的国家标准进行。

4.4.2样品以铣或钻加工而成，不需要进一步的制备。

4.4.3若样品被铣或钻孔过程中产生的油或油脂污染，应用高纯度丙酮清洗，然后在空气中干燥。

4.4.4若样品中含有颗粒或颗粒大小相差较大的碎片，则测试样品宜采用随机分样器分取。

4.4.5如果使用钎焊合金工具制备实验室样品，则样品应进一步用15 %(质量分数)硝酸酸洗几分钟，然后用蒸馏水清洗几次，然后再用丙酮清洗，在空气中干燥。

4.5 试验步骤

4.5.1试料

按表1称取试料，精确至0.0001 g。

4.5.2平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4试料的处理

4.5.4.1试料在酸中溶解

将测试部分（4.5.1）转移到转移到聚四氟乙烯烧杯中(4.3.2)。入20 mL硝酸-盐酸混合物（4.2.7）。盖上表面皿，加热至完全溶解。如果合金抵抗溶解，以1 mL量递增加入盐酸（4.2.2），继续加热以溶解样品。低温将溶液蒸发至近干。溶液稍冷，用4 mL硝酸-盐酸混合物（4.2.7）溶解盐类，冷却。

注1：如果样品中含硅、铌、钼等难溶于硝酸-盐酸混酸（4.2.7）的元素，以5滴量递增加入氢氟酸（4.2.3），溶解试样至清亮；如果样品中含碳高，需加入1 mL高氯酸（4.2.4）冒烟至黑色消失；如果样品各种混酸不溶，则重新称取样品，先加10 mL盐酸（4.2.2），补加2 mL双氧水（4.2.5），在室温下溶解至剧烈反应停止，以2 mL量递增加入双氧水（4.2.5），溶解试样至清亮，然后低温加热将溶液蒸发至近干。

注2：部分样品在溶解盐类时会出现水解沉淀，比如钼、钨等，通过沉降和干过滤或离心去除任何水解产物后再测定，不影响结果。

4.5.5 测试溶液的制备 （是否按原文，用文字描述？）

4.5.5.1 铝含量为0.20 %~1.25 %

将4.5.4溶液转移到对应容量瓶中，加入对应量的氯化钾溶液（4.2.8），加水至刻度，混匀。通过沉降和干过滤或离心去除任何水解产物。容量瓶体积选择和氯化钾溶液（4.2.8）加入量参照表1。

4.5.5.2 铝含量为1.25 %~4.0 %

将4.5.4溶液转移到100 mL容量瓶中，加水至刻度，混匀。通过沉降和干过滤或离心去除任何水解产物。

4.5.6试液分取

根据表1分取滤液，置于相应的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

表1 称样量及试液分取体积

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 铝质量分数  % | 称样量  g | 分取体积  mL | 补加氯化钾体积  mL | 补加王水体积  mL | 测定体积  mL |
| 0.20～0.25 | 0.50 | 全量 | 2 | / | 50 |
| ＞0.25～1.25 | 0.20 | 全量 | 4 | / | 100 |
| ＞1.25～4.00 | 0.20 | 10 | 4 | 4 | 100 |

4.6铝标准溶液

移取0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL和25.00 mL铝标准溶液（4.2.10），分别置于一组100 mL容量瓶中，加入4 mL氯化钾溶液（4.2.8）、1 mL硝酸（4.2.1），加入足够的盐酸（4.2.2），使其浓度为3%（*V/V*），冷却后用水稀释至刻度，混匀。这些标准溶液对应含0 µg/mL、5 µg/mL、10 µg/mL、15 µg/mL、20 µg/mL和25 µg/mL铝。

注3:所有校正溶液的盐酸浓度相同很重要。零溶液需要加入3 mL盐酸(4.2.2)，最后一份铝溶液(25 µg/mL）已经含有2.5 mL盐酸，需要加入0.5 mL。

4.7 校准和测定

4.7.1 原子吸收测量

——将待测元素的空心阴极灯安装到原子吸收光谱仪（4.3.1）上，接通电流，使其稳定。

——按照制造商的说明，安装用于铝测定的一氧化二氮/乙炔燃烧器；使用309.3 nm的波长和富燃料氧化亚氮乙炔火焰。

——根据制造商的建议，设置所需的仪器参数。点燃燃烧器并吸水，直到达到热平衡。火焰条件将根据所确定的元素而变化。

——确保仪器满足规定的性能要求。操作参数的最佳设置因仪器而异。可能必须使用规模扩展来获得所需的可读性。

—— 确保校准溶液和测试溶液在相同温度，温度差在1℃范围内。

——吸水，对仪器进行调零。抽吸出校准溶液和测试溶液，并记录读数，以确定测试溶液的近似浓度

——每次测定试验溶液和空白溶液，需要选择两个标准溶液，一个标准溶液的吸光度刚好低于试验溶液的吸光度，另一个标准溶液的吸光度刚好高于试验溶液的吸光度。

——以水调零，分别按照浓度递增的顺序或浓度递减的顺序测量空白溶液、试验溶液和标准溶液的吸光度。当获得一个稳定的响应时，记录读数。通过在每个测试或校准溶液之间吸水来冲洗系统。

——再重复测量全套校准和测试溶液两次，并记录数据。

4.7.2 工作曲线的绘制与测定

选择与试样中被测元素含量范围对应的标准溶液，用被测元素的浓度与测量的吸光度绘制标准曲线。使用适当的光谱仪软件或脱机计算机进行回归计算或编制图形表示。

有些仪器可以直接读出被测元素的浓度。应绘制仪器响应与被测元素浓度的关系图，以检查读数的有效性。

4.8 试验数据处理

铝含量以铝的质量分数*w*Al计，按公式（1）计算：

*w*Al= %…………………………………（1）

式中：

——自工作曲线上查得的测定试液中铝的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；



——自工作曲线上查得的空白溶液中铝的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；



——试液总体积，单位为毫升（mL）；



2——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；



*m*—— 试料的质量，单位为克（g）；

1——分取试液的体积，单位为毫升（mL）。



当*w*Al <1.00 %时，计算结果保留两位有效数字；当*w*Al≥1.0 %时，计算结果表示至小数点后二位。

数字修约按GB/T 8170规定执行。（？）

4.9 精密度

4.9.1 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3数据采用线性内插法或外延法求得。测量铝所用样品的原始数据见附录C。

表3 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Al/% | 0.169 | 0.434 | 0.146 | 0.109 | 1.510 | 0.972 |
| *r*/% | 0.0147 | 0.0127 | 0.0047 | 0.0091 | 0.0341 | 0.0245 |

4.9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次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*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Al/% | 0.169 | 0.434 | 0.146 | 0.109 | 1.510 | 0.972 |
| *R*/% | 0.0354 | 0.0248 | 0.0121 | 0.0159 | 0.0365 | 0.0345 |

5 方法2电感耦合等离子体原子发射光谱法

5.1原理

试样在酸中溶解，于推荐的分析谱线处，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝的发射强度，用工作曲线法计算铝的含量。

5.2试剂

除非另有说明，分析中仅使用确认为优级纯的试剂，所用水符合GB/T 6682二级标准的分析实验室用水。

5.2.1 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

5.2.2 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.2.3 氢氟酸（ρ=1.15 g/mL）。

5.2.4 高氯酸（ρ=1.67 g/mL）。

5.2.5 双氧水（30 %）。

5.2.6硝酸-盐酸混酸，将25 mL硝酸(4.2.1)和75 mL盐酸(4.2.2)小心混合，混合液不稳定，现用现配。

警告：这种混酸腐蚀性很强，不稳定，静置时会有有毒气体氯气释放出来，应在通风柜中配制和使用，不应保存在密闭容器中。

5.2.7 盐酸溶液（1+1）。

5.2.8铝标准贮存溶液（1000 µg/mL）。

称取1.000 g金属（*w*Al≥99. 99%，精确至0.0001 g）于400 mL烧杯中，加入30 mL盐酸溶液（5.2.7），加热至完全溶解。补加入85 mL盐酸(5.2.2)，冷却后移入1000 mL容量瓶中。用水稀释至刻度，混匀，然后装在聚乙烯瓶里。

5.2.9铝标准溶液（100 µg/mL）。

移取100.00 mL的铝标准贮存溶液(5.2.8)放入1000 mL容量瓶中，加入90 mL盐酸(5.2.2)。用水稀释至800 mL左右，冷却，定容至刻度线，混合后放入聚乙烯瓶中保存。

5.2.10铝标准溶液（10 µg/mL）。

移取10.00 mL的铝标准贮存溶液(5.2.9)放入100 mL容量瓶中，加入9 mL盐酸(5.2.2)。用水稀释至80 mL左右，冷却，定容至刻度线，混合后放入聚乙烯瓶中保存。

5.3仪器

5.3.1 等离子体原子发射光谱仪。

——光源：氩等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.30 kW。

——分辨率：200 nm时光学分辨率不大于0.010 nm；400 nm时光学分辨率不大于0.020 nm。

——推荐谱线176.641 nm、396.152 nm、394.401 nm、167.078 nm，根据实际情况选择最适谱线。

5.3.2 聚四氟乙烯烧杯。

5.3.3 聚苯乙烯移液管。

5.3.4 聚丙烯容量瓶。

5.4取样和样品制备

5.4.1样品的取样和制备应按买卖双方的协议程序进行，在发生争议时，按相应的国家标准进行。

5.4.2样品以铣或钻加工而成，不需要进一步的制备。

5.4.3若样品被铣或钻孔过程中产生的油或油脂污染，应用高纯度丙酮清洗，然后在空气中干燥。

5.4.4若样品中含有颗粒或颗粒大小相差较大的碎片，则测试样品宜采用随机分样器分取。

5.4.5如果使用钎焊合金工具制备实验室样品，则样品应进一步用15 %(质量分数)硝酸酸洗几分钟，然后用蒸馏水清洗几次，然后再用丙酮清洗，在空气中干燥。

5.5试验步骤

5.5.1试料

称取0.10 g试料（5.4），精确至0.0001 g。

5.5.2平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.5.3空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.4测定

将试料（5.5.1）置于一个250 mL的聚四氟乙烯烧杯中。加入10 mL硝酸-盐酸混酸（5.2.6），盖上表面皿，加热直到试料溶解完成。如果合金抵抗溶解，以1 mL量递增加入盐酸（5.2.2），继续加热以溶解样品。低温将溶液蒸发至近干。

注1：如果怀疑样品的不均匀性，可以取较大质量的样品进行分析。但是应从该测试溶液中提取与0.1000 g样品溶液对应的等分部分，并按照给定的程序进行处理。

注2：如果样品中含硅、铌、钼等难溶于硝酸-盐酸混酸（5.2.6）的元素，以5滴量递增加入氢氟酸（5.2.3），溶解试样至清亮；如果样品中含碳高，需加入1 mL高氯酸（5.2.4）冒烟至黑色消失；如果样品各种混酸不溶，则重新称取样品，先加10 mL盐酸（5.2.2），补加2 mL双氧水（5.2.5），在室温下溶解至剧烈反应停止，以2 mL量递增加入双氧水（5.2.5），溶解试样至清亮，然后低温加热将溶液蒸发至近干。

注3：部分样品在溶解盐类时会出现水解沉淀，比如钼、钨等，通过沉降和干过滤或离心去除任何水解产物后再测定，不影响结果。

5.5.4.1测试溶液的制备和测定

将溶液冷却至约50℃，使用3 mL盐酸（5.2.2）和1 mL硝酸（5.2.1）溶解盐类，冷却。将溶液转移到100 mL聚丙烯容量瓶中，加水至刻度，混匀。通过沉降和干过滤或离心去除任何水解产物。

根据表5分取滤液，置于相应的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量试液及随同试料空白溶液（5.5.3）中铝的发射强度，仪器依据工作曲线（5.5.5.2）计算出经空白校正的Al元素的质量浓度。

表5试液分取体积及定容体积

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 铝质量分数/% | 分取体积/mL | 补加盐酸（5.2.2）体积/mL | 补加硝酸（5.2.1）体积/mL | 测定体积/mL |
| 0.002～1.00 | 全量 | / | / | 100 |
| ＞1.00～7.00 | 10.00 | 3 | 1 | 100 |

5.5.5铝标准工作曲线的绘制

5.5.5.1分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL铝标准溶液（5.2.10），0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL和10.00 mL铝标准溶液（5.2.9），置于一组100 mL容量瓶中，加入4 mL硝酸-盐酸混合酸（5.2.6），用水稀释至刻度，混匀。根据样品含量范围，选择4-5个合适梯度点（包括0 µg/mL）使标准溶液浓度范围能覆盖样品溶液的浓度范围，进行铝标准工作曲线的绘制。

5.5.5.2在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量系列标准溶液中铝的发射强度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液中铝的发射强度，以铝的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.6试验数据的处理

铝含量以铝的质量分数*w*Al计，按公式（2）计算：

式中：

ρ2——自工作曲线上查得的测定试液中铝的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；



ρ1——自工作曲线上查得的空白溶液中铝的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；



3——试液总体积，单位为毫升（mL）；



4——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；



*m1*—— 试料的质量，单位为克（g）；

5——分取试液的体积，单位为毫升（mL）。



当*w*Al <1.00 %时，计算结果保留两位有效数字；当*w*Al≥1.0 %时，计算结果表示至小数点后二位。

数字修约按GB/T 8170规定执行。

5.7精密度

5.7.1重复性

精密度数据是在2022年由20家实验室对Al含量6个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铝含量在重复性条件下独立测定7次。测量的原始数据见附录A。在重复性条件下获得的两次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6数据采用线性内插法或外延法求得。测量的原始数据见附录D.2。

表6重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Al/% | 0.0040 | 0.015 | 0.23 | 0.97 | 2.23 | 6.24 |
| *r*/% | 0.0009 | 0.0038 | 0.022 | 0.035 | 0.13 | 0.17 |

5.7.2再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测定结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5 %，再现性限（*R*）按表7数据采用线性内插法或外延法求得。测量的原始数据见附录D.2。

表7再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Al/% | 0.0040 | 0.015 | 0.23 | 0.97 | 2.23 | 6.24 |
| *R*/% | 0.0011 | 0.0059 | 0.031 | 0.060 | 0.20 | 0.44 |

5.8 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

*——* 试验对象；

*——* 本文件编号；

*——* 所使用的方法；

*——* 分析结果及其表示；

*——* 与基本分析步骤的差异；

*——* 测定中观察的异常现象；

*——* 试验日期。

附录A

（资料性）

本文件方法1与ISO 7530.7：1992结构编号对照一览表

表A.1给出了本文件方法1与ISO 7530.7：1992结构编号对照一览表。

表A.1 本文件与ISO 7530.7：1992结构编号对照情况

|  |  |
| --- | --- |
| 本文件结构编号 | ISO 7530.：1992 结构编号 |
| 1 | 1 |
| 2 | 2 |
| 3 | - |
| 4 | - |
| 4.1 | 3 |
| 4.2 | 4 |
| 4.3 | 5 |
| 4.4 | 6 |
| 4.5 | 7 |
| 表1 | 7.1.1～7.1.2 |
| 4.5.1 | - |
| 4.5.2 | - |
| 4.5.3 | 7.2 |
| 4.5.4 | 7.1 |
| 4.5.5 |  |
| 4.5.6 | 7.1.3 |
| 4.6 | 7.3 |
| 4.7 | 7.4 |
| 4.7.1 | 7.4.1 |
| 4.7.2 | 7.4.2 |
| 4.8 | 8.1 |
| 4.9 | 8.2 |
| ~~4.9.1~~ | ~~8.2.2 表 2~~ |
| ~~4.9.2~~ | ~~8.2.2 表 2~~ |
| 6 | 9 |
| 附录A | - |
| 附录B | - |
| 附录C | 表 1 |

附录B

（资料性）

本文件方法1 与ISO 7530.7：1992技术差异及其原因

表B.1给出了本文件方法1与ISO7530.7：1992技术差异及其原因一览表。

表B.1 本文件与ISO 7530.7：1992技术差异及其原因

| 本文件结构编号 | 技术差异 | 原因 |
| --- | --- | --- |
| 1 | 测定范围：0.2%～4% 修改为：方法1测定范围：0.20 %～4.00 %；方法2测定范围：0.0050 %～7.00 %。本文件测定范围重叠区间的仲裁方法为方法2。 | 一氧化二氮是一种麻醉性气体，属于国家管制气体，长期接触此类气体可引起贫血及中枢神经系统损害，且在使用过程中易引起爆火现象，现在在行业中应用不普及。考虑到火焰原子吸收光谱法抗干扰性强，对复杂镍合金样品较适用，因此保留该方法。电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝已经非常普及了，且镍合金的铝含量上限范围也有变化，因此增加方法2，提高本方法对含铝的镍合金品种的适用性 |
| 4.2 | 增加试剂氢氟酸、高氯酸、双氧水。 | 对应试验步骤修改内容 |
| 4.2 | 调整各试剂的顺序。 | 适应我国标准文件编制要求 |
| 4.5 | 调整本节内容顺序 | 适合我国标准文件编制要求 |
| 4.5.1 | 将实验室样品改为试料 | 适合我国标准文件编制要求 |
| 4.5.1 | 减少称样量，按表1称取 | 1. 目前镍合金生产技术成熟，样品的均匀性较好 2. 样品量少，易溶解 3. 目前仪器性能号，能满足检测需求 |
| 4.5.4 | 将烧杯改为聚四氟乙烯烧杯 | 考虑到部分样品需用氢氟酸才能溶解完全，避免氢氟酸腐蚀玻璃烧杯 |
| 4.5.4 | 增加了注1、注2、注3. | 考虑到镍合金样品复杂，一个溶解方案难以保证样品溶解完全，增加多个溶解方案，以适应各个牌号的镍合金溶解需求 |
| 表1 | 增加表1替代7.1.1～7.1.2 | 适应我国标准文件编制要求，一目了然，便于国内实施，称样量减少 |
| 4.5.5 | 将容量瓶改为聚丙烯容量瓶 | 考虑到测定液中有少量氢氟酸存在 |
| 4.8 | 将结果与表述改为试验数据的处理，公式后增加了数字修约的表述。 | 适应我国标准文件编制要求 |
| 4.9 | 精密度数据修改 | 重新组织国内精密度试验，用国内实际验证数据确定方法精密度 |
| 6 | 修改实验报告内容 | 符合我国标准文件编制要求 |
| 附录 | 增加了附录A、B、C、D | 符合我国标准文件编制要求 |

附录C

（资料性）

表C 方法1 试验所用试样的元素成分

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | Al | Co | Cr | Fe | Mo | Ni | Si | Ti |
| 825 | 0.2 | 0.07 | 21 | 30 | 0.7 | 余量 | 0.4 | 1.1 |
| 902 | 0.4 | 0.05 | 5 | 48 | 0.4 | 余量 | 0.35 | 2.5 |
| 3920 | 0.15 | 2 | 19 | 2 | 0.3 | 余量 | 0.6 | 2.3 |
| 3927 | 0.1 | 1 | 20 | 44 | 0.4 | 余量 | 0.8 | 0.6 |
| 7013 | 1.5 | 17 | 20 | 0.2 | 0.05 | 余量 | 0.7 | 2.4 |
| 7049 | 1 | 0.01 | 15 | 7 | 0.8 | 余量 | 0.3 | 2.3 |

附 录 D

（资料性）

电感耦合等离子体原子发射光谱法精密度试验原始数据

精密度数据是在2022年由20家实验室对铝含量6个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铝含量在重复性条件下独立测定7次。精密度试验所用试样组成列于表D.1。精密度试验结果的原始数据见表D.2。

表D.1 方法2 精密度试验用样品信息

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | Al | Co | Cu | Cr | Fe | Mo | Ni | Nb | Ti | Zr | Mn | W | Si |
| 1 | 0.003-0.005 | 1 | 0.21 | 1.6 | 70 | 0.6 | 28 | / | 0.003 | / | 0.2 | / | 4 |
| 2 | 0.010-0.020 | / | / | 0.10 | 余量 | / | 36 | / | / | / | 0.45 | / | 0.2 |
| 3 | 0.18-0.24 | 0.07 | 0.02 | 21 | 5 | 9 | 58 | 4 | 0.22 | / | 0.47 | / | 0.4 |
| 4 | 0.95-1.00 | 0.06 | 0.05 | 22 | 1 | 0.004 | 74 | / | 1.6 | / | 0.41 | 0.01 | 0.4 |
| 5 | 2.10-2.40 | / | / | 16 | 4 | 4 | / | / | 2.3 | / | 0.45 | 7 | 0.6 |
| 6 | 5.70-6.40 | 0.27 | / | 12 | / | 4 | 73 | 1 | 0.6 | 0.04 | / | / | 0.3 |

表D.2 方法2 精密度试验原始数据

单位：%

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室编号 | 样品编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1# | 0.0046 | 0.0042 | 0.0045 | 0.0049 | 0.0045 | 0.0046 | 0.0041 |
| 2# | 0.015 | 0.016 | 0.016 | 0.017 | 0.017 | 0.016 | 0.016 |
| 3# | 0.23 | 0.24 | 0.23 | 0.22 | 0.23 | 0.22 | 0.24 |
| 4# | 0.96 | 0.96 | 0.96 | 0.97 | 0.96 | 0.97 | 0.96 |
| 5# | 2.28 | 2.26 | 2.29 | 2.28 | 2.24 | 2.23 | 2.26 |
| 6# | 6.30 | 6.32 | 6.32 | 6.28 | 6.36 | 6.28 | 6.35 |
| 2 | 1# | 0.0045 | 0.0045 | 0.0044 | 0.0047 | 0.0046 | 0.0043 | 0.0042 |
| 2# | 0.015 | 0.016 | 0.017 | 0.015 | 0.016 | 0.016 | 0.016 |
| 3# | 0.24 | 0.22 | 0.24 | 0.24 | 0.24 | 0.23 | 0.23 |
| 4# | 0.97 | 0.97 | 0.97 | 0.96 | 0.98 | 0.98 | 0.97 |
| 5# | 2.23 | 2.24 | 2.24 | 2.25 | 2.24 | 2.22 | 2.24 |
| 6# | 6.29 | 6.27 | 6.31 | 6.31 | 6.36 | 6.35 | 6.34 |
| 3 | 1# | 0.0041 | 0.0041 | 0.0033 | 0.0032 | 0.0039 | 0.0043 | 0.0036 |
| 2# | 0.016 | 0.014 | 0.016 | 0.018 | 0.016 | 0.014 | 0.016 |
| 3# | 0.25 | 0.23 | 0.25 | 0.23 | 0.24 | 0.24 | 0.24 |
| 4# | 0.93 | 0.92 | 0.93 | 0.94 | 0.95 | 0.93 | 0.93 |
| 5# | 2.24 | 2.29 | 2.24 | 2.21 | 2.35 | 2.24 | 2.28 |
| 6# | 6.36 | 6.31 | 6.40 | 6.20 | 6.29 | 6.40 | 6.23 |
| 4 | 1# | 0.0044 | 0.0043 | 0.0043 | 0.0044 | 0.0042 | 0.0044 | 0.0043 |
| 2# | 0.015 | 0.016 | 0.015 | 0.016 | 0.015 | 0.015 | 0.015 |
| 3# | 0.23 | 0.24 | 0.23 | 0.24 | 0.24 | 0.24 | 0.23 |
| 4# | 0.96 | 0.97 | 0.95 | 0.96 | 0.96 | 0.96 | 0.98 |
| 5# | 2.12 | 2.13 | 2.14 | 2.15 | 2.17 | 2.16 | 2.16 |
| 6# | 6.32 | 6.23 | 6.34 | 6.18 | 6.20 | 6.23 | 6.24 |
| 5 | 1# | 0.0033 | 0.0034 | 0.0032 | 0.0042 | 0.0033 | 0.0038 | 0.0042 |
| 2# | 0.016 | 0.018 | 0.017 | 0.018 | 0.018 | 0.017 | 0.017 |
| 3# | 0.23 | 0.23 | 0.23 | 0.24 | 0.24 | 0.23 | 0.23 |
| 4# | 0.95 | 0.95 | 0.96 | 0.96 | 0.96 | 0.97 | 0.96 |
| 5# | 2.19 | 2.28 | 2.28 | 2.27 | 2.29 | 2.28 | 2.26 |
| 6# | 6.25 | 6.22 | 6.26 | 6.28 | 6.25 | 6.25 | 6.22 |
| 6 | 1# | - | - | - | - | - | - | - |
| 2# | 0.014 | 0.016 | 0.016 | 0.015 | 0.017 | 0.016 | 0.016 |
| 3# | 0.21 | 0.21 | 0.21 | 0.21 | 0.23 | 0.23 | 0.23 |
| 4# | 0.94 | 0.91 | 0.92 | 0.93 | 0.91 | 0.93 | 0.91 |
| 5# | 2.12 | 2.08 | 2.11 | 2.10 | 2.10 | 2.11 | 2.10 |
| 6# | 5.95 | 6.02 | 6.03 | 5.96 | 6.03 | 6.04 | 6.08 |
| 7 | 1# | - | - | - | - | - | - | - |
| 2# | 0.012 | 0.010 | 0.010 | 0.010 | 0.013 | 0.011 | 0.013 |
| 3# | 0.23 | 0.24 | 0.24 | 0.24 | 0.23 | 0.22 | 0.23 |
| 4# | 0.97 | 0.97 | 0.98 | 0.98 | 0.97 | 0.98 | 0.98 |
| 5# | 2.17 | 2.14 | 2.21 | 2.19 | 2.17 | 2.15 | 2.22 |
| 6# | 6.24 | 6.27 | 6.35 | 6.33 | 6.33 | 6.36 | 6.26 |
| 8 | 1# | 0.0044 | 0.0037 | 0.0039 | 0.0043 | 0.0041 | 0.0047 | 0.0037 |
| 2# | 0.014 | 0.014 | 0.016 | 0.016 | 0.016 | 0.014 | 0.016 |
| 3# | 0.23 | 0.24 | 0.24 | 0.21 | 0.22 | 0.23 | 0.23 |
| 4# | 0.98 | 0.99 | 0.99 | 0.96 | 1.00 | 0.98 | 0.98 |
| 5# | 2.26 | 2.31 | 2.30 | 2.32 | 2.28 | 2.24 | 2.32 |
| 6# | 6.38 | 6.34 | 6.34 | 6.20 | 6.38 | 6.27 | 6.22 |
| 9 | 1# | 0.0030\*\* | 0.0030\*\* | 0.0050\*\* | 0.0030\*\* | 0.0050\*\* | 0.0030\*\* | 0.0040\*\* |
| 2# | 0.018 | 0.015 | 0.016 | 0.017 | 0.018 | 0.015 | 0.016 |
| 3# | 0.22 | 0.22 | 0.23 | 0.24 | 0.23 | 0.22 | 0.21 |
| 4# | 0.95 | 0.97 | 0.96 | 0.96 | 0.97 | 0.98 | 0.96 |
| 5# | 2.21 | 2.18 | 2.20 | 2.19 | 2.21 | 2.21 | 2.17 |
| 6# | 6.18 | 6.21 | 6.18 | 6.22 | 6.18 | 6.21 | 6.19 |
| 10 | 1# | 0.0038 | 0.0037 | 0.0039 | 0.0041 | 0.0042 | 0.0040 | 0.0039 |
| 2# | 0.015 | 0.013 | 0.015 | 0.014 | 0.014 | 0.014 | 0.015 |
| 3# | 0.22 | 0.23 | 0.21 | 0.23 | 0.22 | 0.22 | 0.23 |
| 4# | 0.98 | 0.95 | 0.97 | 0.96 | 0.99 | 0.99 | 0.98 |
| 5# | 2.21 | 2.38 | 2.18 | 2.20 | 2.22 | 2.27 | 2.35 |
| 6# | 6.10 | 6.12 | 6.17 | 6.19 | 6.17 | 6.12 | 6.08 |
| 11 | 1# | 0.0033 | 0.0040 | 0.0039 | 0.0032 | 0.0036 | 0.0037 | 0.0041 |
| 2# | 0.012 | 0.012 | 0.012 | 0.012 | 0.012 | 0.012 | 0.013 |
| 3# | 0.22 | 0.22 | 0.23 | 0.23 | 0.22 | 0.22 | 0.22 |
| 4# | 0.97 | 0.97 | 0.98 | 0.98 | 0.99 | 0.97 | 0.98 |
| 5# | 2.12 | 2.18 | 2.33 | 2.28 | 2.18 | 2.13 | 2.23 |
| 6# | 6.04 | 6.13 | 6.23 | 5.98 | 6.19 | 6.18 | 5.98 |
| 12 | 1# | 0.0041\*\* | 0.0041\*\* | 0.0039\*\* | 0.0047\*\* | 0.0052\*\* | 0.0058\*\* | 0.0049\*\* |
| 2# | 0.012 | 0.012 | 0.012 | 0.012 | 0.012 | 0.013 | 0.012 |
| 3# | 0.24 | 0.24 | 0.25 | 0.25 | 0.25 | 0.25 | 0.25 |
| 4# | 1.01 | 1.02 | 1.05 | 1.01 | 1.02 | 0.99 | 0.98 |
| 5# | 2.23 | 2.33 | 2.35 | 2.27 | 2.35 | 2.20 | 2.29 |
| 6# | 6.41 | 6.39 | 6.51 | 6.36 | 6.35 | 6.34 | 6.30 |
| 13 | 1# | 0.0038 | 0.0040 | 0.0045 | 0.0042 | 0.0039 | 0.0044 | 0.0040 |
| 2# | 0.015 | 0.014 | 0.013 | 0.016 | 0.015 | 0.013 | 0.013 |
| 3# | 0.24 | 0.24 | 0.24 | 0.24 | 0.24 | 0.23 | 0.24 |
| 4# | 0.94 | 0.94 | 0.99 | 0.95 | 0.99 | 0.97 | 0.97 |
| 5# | 2.27 | 2.34 | 2.30 | 2.32 | 2.26 | 2.28 | 2.31 |
| 6# | 5.93 | 5.98 | 5.94 | 6.16 | 5.92 | 6.12 | 5.91 |
| 14 | 1# | 0.0036 | 0.0042 | 0.0035 | 0.0040 | 0.0043 | 0.0045 | 0.0045 |
| 2# | 0.015 | 0.014 | 0.017 | 0.013 | 0.017 | 0.013 | 0.014 |
| 3# | 0.21 | 0.23 | 0.22 | 0.22 | 0.24 | 0.22 | 0.22 |
| 4# | 0.97 | 0.98 | 0.97 | 0.97 | 0.99 | 0.95 | 0.94 |
| 5# | 2.23 | 2.19 | 2.21 | 2.10 | 2.11 | 2.23 | 2.20 |
| 6# | 6.24 | 6.09 | 6.14 | 6.07 | 6.16 | 6.20 | 6.21 |
| 15 | 1# | 0.0043\*\* | 0.0036\*\* | 0.0032\*\* | 0.0041\*\* | 0.0052\*\* | 0.0041\*\* | 0.0049\*\* |
| 2# | 0.017 | 0.016 | 0.019 | 0.017 | 0.016 | 0.019 | 0.017 |
| 3# | 0.25 | 0.25 | 0.25 | 0.25 | 0.24 | 0.24 | 0.25 |
| 4# | 0.96 | 0.95 | 0.98 | 0.97 | 0.98 | 0.98 | 0.97 |
| 5# | 2.30 | 2.29 | 2.30 | 2.31 | 2.24 | 2.31 | 2.31 |
| 6# | 6.31 | 6.29 | 6.32 | 6.30 | 6.37 | 6.26 | 6.30 |
| 16 | 1# | - | - | - | - | - | - | - |
| 2# | 0.012 | 0.012 | 0.011 | 0.013 | 0.011 | 0.011 | 0.012 |
| 3# | 0.21 | 0.22 | 0.20 | 0.22 | 0.23 | 0.23 | 0.23 |
| 4# | 0.96 | 0.95 | 0.96 | 0.98 | 0.97 | 0.97 | 0.97 |
| 5# | 2.22 | 2.19 | 2.23 | 2.30 | 2.26 | 2.23 | 2.24 |
| 6# | 6.38 | 6.32 | 6.32 | 6.29 | 6.40 | 6.39 | 6.47 |
| 17 | 1# | - | - | - | - | - | - | - |
| 2# | 0.017 | 0.017 | 0.017 | 0.017 | 0.017 | 0.017 | 0.017 |
| 3# | 0.23 | 0.22 | 0.22 | 0.21 | 0.21 | 0.22 | 0.23 |
| 4# | 0.96 | 0.98 | 0.99 | 0.96 | 0.97 | 0.98 | 0.96 |
| 5# | 2.16 | 2.23 | 2.30 | 2.15 | 2.19 | 2.32 | 2.28 |
| 6# | 5.94 | 5.95 | 6.06 | 6.01 | 6.00 | 6.02 | 6.03 |
| 18 | 1# | - | - | - | - | - | - | - |
| 2# | 0.015 | 0.013 | 0.015 | 0.017 | 0.018 | 0.017 | 0.017 |
| 3# | 0.23 | 0.23 | 0.24 | 0.24 | 0.23 | 0.23 | 0.23 |
| 4# | 0.98 | 0.98 | 0.97 | 0.95 | 0.97 | 0.97 | 0.98 |
| 5# | 2.19 | 2.16 | 2.16 | 2.10 | 2.21 | 2.23 | 2.23 |
| 6# | 6.55 | 6.48 | 6.54 | 6.60 | 6.66 | 6.57 | 6.56 |
| 19 | 1# | 0.0038 | 0.0038 | 0.0039 | 0.0037 | 0.0040 | 0.0041 | 0.0037 |
| 2# | 0.013 | 0.014 | 0.013 | 0.015 | 0.016 | 0.014 | 0.015 |
| 3# | 0.23\* | 0.24\* | 0.25\* | 0.22\* | 0.21\* | 0.21\* | 0.22\* |
| 4# | 0.94 | 0.95 | 0.96 | 0.95 | 0.96 | 0.96 | 0.95 |
| 5# | 2.31 | 2.35 | 2.23 | 2.33 | 2.36 | 2.30 | 2.25 |
| 6# | 6.34 | 6.37 | 6.25 | 6.34 | 6.32 | 6.34 | 6.35 |
| 20 | 1# | - | - | - | - | - | - | - |
| 2# | 0.015 | 0.013 | 0.015 | 0.014 | - | - | - |
| 3# | 0.22 | 0.23 | 0.23 | 0.22 | - | - | - |
| 4# | 0.98 | 0.96 | 0.96 | 0.98 | - | - | - |
| 5# | 2.21 | 2.13 | 2.11 | 2.14 | - | - | - |
| 6# | 6.26 | 6.16 | 6.28 | 6.29 | - | - | - |

说明：带“\*\*”的为离群值，不参与后续计算，带“\*”的为歧离值，可参与后续计算。