



中华人民共和国航空行业标准

FL 6200

HB 6731. 10—2005

代替 HB 6731 10—1993

铝合金化学成分光谱分析方法 第 10 部分：电感耦合等离子体原子发射 光谱法测定铜、镁、锌、镉、铁、锰、 硼、钛、锆、钒、镍、铬含量

Methods for spectrometric analysis of aluminium alloys—
Part 10: Determination of copper, magnesium, zinc, cadmium, iron,
manganese, boron, titanium, zirconium, vanadium, nickel, chrome content
by inductively coupled plasma atomic spectrometric method

2005—12—26 发布

2006—05—01 实施

国防科学技术工业委员会 发布

前 言

HB 6731《铝合金化学成分光谱分析方法》分为 12 个部分:

- a) 第 1 部分: 火焰原子吸收光谱法测定铜含量;
- b) 第 2 部分: 火焰原子吸收光谱法测定镁含量;
- c) 第 3 部分: 火焰原子吸收光谱法测定锌含量;
- d) 第 4 部分: 火焰原子吸收光谱法测定铅含量;
- e) 第 5 部分: 火焰原子吸收光谱法测定镉含量;
- f) 第 6 部分: 火焰原子吸收光谱法测定铁含量;
- g) 第 7 部分: 火焰原子吸收光谱法测定锰含量;
- h) 第 8 部分: 火焰原子吸收光谱法测定镍含量;
- i) 第 9 部分: 火焰原子吸收光谱法测定铬含量;
- j) 第 10 部分: 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜、铁、镁、锌、硼、钛、镉、锰、钴、钒、镍、铬含量;
- k) 第 11 部分: 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铍含量;
- l) 第 12 部分: 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定硅含量。

本部分为 HB 6731《铝合金化学成分光谱分析方法》中的第 10 部分。

本部分代替 HB 6731.10-1993《铝合金原子吸收光谱分析法 钒含量的测定》。

本部分与 HB 6731.10-1993 相比, 主要的变化是:

- a) HB 6731.10-1993《铝合金原子吸收光谱分析法 钒含量的测定》采用的是一氧化二氮作为助燃气, 现绝大部分航空系统的单位都已不采用这种助燃气, 所以本次制定航标不采用这种方法, 而改用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定该元素;
- b) 增加了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜、铁、镁、锌、硼、钛、镉、锰、钴、镍、铬的含量。

本部分由中国航空工业第一集团公司提出。

本部分由中国航空综合技术研究所、北京航空材料研究院归口。

本部分起草单位: 中国航空工业第一集团公司北京航空材料研究院、120 厂、3007 厂、122 厂。

本部分主要起草人: 谢绍金、易文燕、刘众宣、蒋 伊、李 帆、叶晓英、杨军红、纪艳玲、潘 悦。

铝合金化学成分光谱分析方法

第10部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜、镁、锌、镉、铁、锰、硼、钛、锆、钒、镍、铬含量

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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，并符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本部分规定了用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES法)测定铝合金中铜、镁、锌、镉、铁、锰、硼、钛、锆、钒、镍、铬含量的原理、试剂、仪器、分析步骤、分析结果的计算、允许差和质量控制与要求。

本部分适用于铝合金中铜、镁、锌、镉、铁、锰、硼、钛、锆、钒、镍、铬含量的测定。
测定范围见表1。

表1

元素	测定范围 %	元素	测定范围 %	元素	测定范围 %
Cu	0.01~10.00	Fe	0.05~3.00	Zr	0.005~0.50
Mg	0.05~10.00	Mn	0.05~3.00	V	0.05~1.00
Zn	0.05~10.00	B	0.005~0.20	Ni	0.05~2.00
Cd	0.05~5.00	Ti	0.01~1.00	Cr	0.05~2.00

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包含勘误的内容)或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

HB 5421 金属材料化学成分分析方法总则及一般规定

HB/Z 207 有色金属材料化学分析用试样的取样规范

3 原理

试料用盐酸、硝酸溶解，加入钇或钆作为内标，稀释至一定体积。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的条件下，测量试液中各待测元素的含量。

4 试剂

除非另有说明，在分析中应使用确认为优级纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水，但在不影响测量准确度的情况下，可使用分析纯的试剂和一次蒸馏水或去离子水。

4.1 硝酸， ρ 约1.42g/mL。

4.2 氢氟酸， ρ 约1.14g/mL。

4.3 盐酸， ρ 约1.19g/mL。

4.4 焦硫酸钾, 固体。

4.5 盐酸, 1+1。

4.6 硫酸, 1+1。

4.7 硝酸, 1+1。

4.8 铜标准溶液 A, 1.000mg/mL。

称取 1.0000g 纯铜(质量分数不小于 99.95%)于 250mL 烧杯中, 加入 40mL 硝酸(4.7), 低温加热溶解, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 补加 30mL 硝酸(4.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.9 铜标准溶液 B, 0.100mg/mL。

移取 25.00mL 铜标准溶液 A(4.8), 置于 250mL 容量瓶中, 加入 15mL 硝酸(4.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.10 镁标准溶液 A, 1.000mg/mL。

称取 1.0000g 纯镁(质量分数不小于 99.95%)于 250mL 烧杯中, 加入 10mL 水, 缓慢加入 40mL 盐酸(4.5), 剧烈反应后, 微热至完全溶解, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 补加 30mL 盐酸(4.3), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.11 镁标准溶液 B, 0.100mg/mL。

移取 25.00mL 镁标准溶液 A(4.10), 置于 250mL 容量瓶中, 加入 15mL 盐酸(4.3), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.12 锌标准溶液 A, 1.000mg/mL。

称取 1.0000g 纯锌(质量分数不小于 99.95%)于 250mL 烧杯中, 加入 40mL 盐酸(4.5), 低温加热溶解, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 补加 30mL 盐酸(4.3), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.13 锌标准溶液 B, 0.100mg/mL。

移取 25.00mL 锌标准溶液 A(4.12), 置于 250mL 容量瓶中, 加入 10mL 盐酸(4.3), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.14 镉标准溶液 A, 1.000mg/mL。

称取 1.0000g 纯镉(质量分数不小于 99.95%)于 250mL 烧杯中, 加入 20mL 硝酸(4.7), 加热溶解, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 补加 20mL 硝酸(4.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.15 镉标准溶液 B, 0.100mg/mL。

移取 25.00mL 镉标准溶液 A(4.14), 置于 250mL 容量瓶中, 加入 10mL 硝酸(4.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.16 铁标准溶液 A, 1.000mg/mL。

称取 1.0000g 纯铁(质量分数不小于 99.95%)于 250mL 烧杯中, 加入 40mL 盐酸(4.5), 加热溶解, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 补加 30mL 盐酸(4.3), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.17 铁标准溶液 B, 0.100mg/mL。

移取 25.00mL 铁标准溶液 A(4.16), 置于 250mL 容量瓶中, 加入 15mL 盐酸(4.3), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.18 铁标准溶液 C, 10.0μg/mL。

移取 25.00mL 铁标准溶液 B(4.17), 置于 250mL 容量瓶中, 加入 15mL 盐酸(4.3), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.19 锰标准溶液 A, 1.000mg/mL。

称取 1.0000g 纯锰(质量分数不小于 99.95%)于 250mL 烧杯中, 加入 40mL 盐酸(4.5), 加热溶解, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 补加 30mL 硝酸(4.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.20 锰标准溶液 B, 0.100mg/mL。

移取 25.00mL 锰标准溶液 A(4.19), 置于 250mL 容量瓶中, 加入 15mL 盐酸(4.3), 用水稀释至刻

度,混匀。

4 21 硼标准溶液 A, 0.100mg/mL。

称取 0.5720g 硼酸(H_3BO_3 , 预先在 105°C 下烘干 2h), 溶于适量水中, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。移入干燥的塑料瓶中备用。

4 22 硼标准溶液 B, 10.0 μg /mL。

移取 25.00mL 硼标准溶液 A(4.21), 置于 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。移入干燥的塑料瓶中备用。

4 23 钛标准溶液 A, 0.100mg/mL。

称取 0.1668g 二氧化钛(TiO_2 , 预先在 800°C 下灼烧 2h), 置于铂坩埚中, 加入 3g 焦硫酸钾(4.4), 于 $700^\circ\text{C}\sim 800^\circ\text{C}$ 下熔融至熔质澄清, 冷却, 用 50mL 硫酸(4.6)浸出熔块, 加热溶解, 冷却后, 移入 1000mL 容量瓶中, 加入 50mL 硫酸(4.6), 用水稀释至约 980mL, 待溶液完全冷却后, 再用水稀释至刻度, 混匀。

4.24 钛标准溶液 B, 10.0 μg /mL。

移取 25.00mL 钛标准溶液 A(4.23), 置于 250mL 容量瓶中, 加入 20mL 硫酸(4.6), 用水稀释至刻度, 混匀。

4 25 锆标准溶液, 0.100mg/mL。

称取 0.1351g 二氧化锆(ZrO_2), 置于铂坩埚中加入 10mL 氢氟酸(4.2)和 6mL 硝酸(4.1), 低温加热溶解后, 加入 10mL 硫酸(4.6), 加热蒸发至冒硫酸烟, 加入少量水, 将溶液仔细混匀, 冷却后将溶液移入 1000mL 容量瓶中, 加入 100mL 盐酸(4.3), 用水稀释至刻度, 混匀。移至干燥的塑料瓶中保存备用。

4 26 钒标准溶液 A, 0.100mg/mL。

称取 0.1000g 纯钒(质量分数不小于 99.95%)于 250mL 烧杯中, 加入 20mL 硝酸(4.7), 加热溶解, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 补加 20mL 硝酸(4.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

4 27 钒标准溶液 B, 10.0 μg /mL。

移取 25.00mL 钒标准溶液 A(4.26), 置于 250mL 容量瓶中, 加入 10mL 硝酸(4.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

4 28 镍标准溶液 A, 1.000mg/mL。

称取 1.0000g 纯镍(质量分数不小于 99.95%)于 250mL 烧杯中, 加入 40mL 硝酸(4.7), 加热溶解, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 补加 30mL 硝酸(4.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

4 29 镍标准溶液 B, 0.100mg/mL。

移取 25.00mL 镍标准溶液 A(4.28), 置于 250mL 容量瓶中, 加入 15mL 硝酸(4.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

4 30 镍标准溶液 C, 10.0 μg /mL。

移取 25.00mL 镍标准溶液 B(4.29), 置于 250mL 容量瓶中, 加入 15mL 硝酸(4.1), 用水稀释至刻度, 混匀。

4 31 铬标准溶液 A, 0.100mg/mL。

称取 0.1414g 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 预先在 150°C 下烘干 1h), 用水溶解后, 移入 500mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4 32 铬标准溶液 B, 10.0 μg /mL。

移取 25.00mL 铬标准溶液 A(4.31), 置于 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4 33 钕内标溶液, 0.2mg/mL。

称取 0.2333g 氧化钕(Nd_2O_3 , 质量分数不小于 99.99%)置于 200mL 烧杯中, 加入 50mL 盐酸(4.5), 低温加热至溶解完全, 冷却后, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4 34 钇内标溶液, 0.2mg/mL。

称取 0.2538g 氧化钇(Y₂O₃, 质量分数不小于 99.99%)置于 200mL 烧杯中, 加入 50mL 盐酸(4.5), 低温加热至溶解完全, 冷却后, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4 35 铝屑, 质量分数不小于 99.98%。

5 仪器

5 1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

单道扫描、固定通道或全谱直读型电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

5 2 分析线

推荐的分析线见表 2, 选择分析线时, 应仔细检查干扰情况。内标线为 Nd 430.35nm 或 Y 371.03nm。

5 3 光谱仪最小实验分辨率

对所选用的分析线和内标线, 计算光谱带宽, 该带宽应小于 0.03nm。

5 4 短时稳定性和长时稳定性

连续测量待测元素的校准曲线的最大浓度溶液的发射谱线绝对或相对光强 10 次, 其标准偏差不应超过绝对或相对光强平均值的 0.5%。4h 内测量待测元素的校准曲线的最大浓度溶液的发射谱线绝对或相对光强 16 次, 每隔 15min 测定一次, 其标准偏差不应超过绝对或相对光强平均值的 1%。

表 2

元素	分析线 nm	元素	分析线 nm	元素	分析线 nm
Cu	324.75	V	292.40	Zr	349.62
Mg	279.07 或 280.27	B	249.67 或 249.77	Fe	263.10 或 239.50
Zn	213.85	Mn	257.61	Ni	231.60
Cd	228.80	Ti	334.90	Cr	283.56

5 5 检出限

检出限应低于待测元素浓度的 10%。

5 6 校准曲线的线性

校准曲线的线性通过相关系数来检验, 相关系数应大于 0.999。

6 取制样

分析用试样的取样和制样应符合 HB/Z 207 的要求。

7 分析步骤

7 1 试料

称取 0.10g~0.30g 试料, 精确至 0.0001g。

7 2 试液的制备

将试料(7.1)置于 150mL 烧杯中, 缓慢加入 20mL 盐酸(4.5), 待剧烈反应停止后, 加入 3mL 硝酸(4.1), 低温加热至试料完全溶解, 煮沸驱除氮的氧化物, 冷却至室温, 将溶液移入 100mL 容量瓶中, 加入 2.00mL 钇内标溶液(4.33)或 2.00mL 钇内标溶液(4.34), 用水稀释至刻度, 混匀, 若溶液有沉淀或漂浮物, 则干过滤, 测量滤液或沉降完全后测量上清液。当没有干扰时可不加内标溶液。

7 3 校准曲线溶液的制备

7 3 1 概述

校准曲线溶液一般选用高标溶液和低标溶液二个标准点, 根据实际情况, 可适当增加或调整校准曲

线的标准点。

7.3.2 高标溶液

根据试料(7.1)中铝元素的含量范围,称取适量铝屑(4.35)(使铝的含量与试料中铝的含量基本一致),置于150mL烧杯中,按7.2进行溶解,溶解完全后移入100mL容量瓶中,加入适量待测元素标准溶液(4.8~4.32),使高标溶液中待测元素的含量略高于试料中该元素的含量,加入2.00mL钪内标溶液(4.33)或2.00mL钇内标溶液(4.34),用水稀释至刻度,混匀。当试液(7.2)不加内标溶液时,高标溶液也不加内标溶液。

7.3.3 低标溶液

随同试料做空白试验,作为低标溶液。

7.4 测量

优化电感耦合等离子体发射光谱仪的各项参数,使之达到最佳状态,采用低标、高标溶液(7.3)建立校准曲线,依次测定试液(7.2)中待测元素强度。

8 分析结果的计算

将校准曲线溶液(7.3)的含量输入计算机,根据校准曲线溶液(7.3)和试液(7.2)的强度值,由计算机计算并输出分析结果。

9 允许差

平行测定分析结果之间的差值应不大于表3所列允许差。

10 质量控制与要求

本部分在执行过程中应遵守 HB 5421 的规定。

表 3

元素	测定范围 %	允许差 %
Cu	0.01~0.10	0.01
	>0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.05
	>1.00~3.00	0.08
	>3.00~6.00	0.15
	>6.00~10.00	0.20
Mg	0.05~0.10	0.02
	>0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.05
	>1.00~3.00	0.08
	>3.00~6.00	0.15
	>6.00~10.00	0.20
Zn	0.05~0.10	0.02
	>0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.05
	>1.00~3.00	0.08
	>3.00~6.00	0.15
	>6.00~10.00	0.20
Cd	0.05~0.10	0.02
	>0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.05
	>1.00~3.00	0.08
	>3.00~5.00	0.15

表 3(续)

元素	测定范围 %	允许差 %
Fe	0.05~0.10	0.02
	>0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.05
	>1.00~3.00	0.10
Mn	0.05~0.10	0.02
	>0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.05
	>1.00~3.00	0.08
B	0.005~0.01	0.003
	>0.01~0.05	0.005
	>0.05~0.10	0.01
	>0.10~0.20	0.02
Ti	0.01~0.05	0.01
	>0.05~0.10	0.02
	>0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.05
Zr	0.005~0.01	0.003
	>0.01~0.03	0.005
	>0.03~0.05	0.01
	>0.05~0.10	0.02
	>0.10~0.50	0.03
V	0.05~0.10	0.02
	>0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.05
Ni	0.05~0.10	0.02
	>0.10~0.50	0.03
	>0.50~1.00	0.05
	>1.00~2.00	0.08
Cr	0.05~0.10	0.02
	>0.10~0.50	0.03
	>0.50~2.00	0.05

中华人民共和国航空行业标准
铝合金化学成分光谱分析方法
第 10 部分：电感耦合等离子体原子发射
光谱法测定铜、镁、锌、镉、铁、锰、
硼、钛、锆、钒、镍、铬含量
HB 6731 10-2005

*

中国航空综合技术研究所出版
(北京东外京顺路 7 号)
中国航空综合技术研究所印刷车间印刷
北京 1665 信箱发行
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 19 千字
2006 年 4 月第一版 2006 年 4 月第一次印刷
印数 1-200

*

书号：标 301 2201 号 定价 6.00 元



HB 6731 10-2005