

表 3

元素的测定范围/%	相对标准偏差/%
≤0.001	26
>0.001~0.005	20
>0.005~0.01	13
>0.01~0.05	11
>0.05~0.10	6.5
>0.10~0.50	5
>0.10~1.0	4
>1.0~5.0	3
>5.0~10.0	1.6

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

元素的测定范围/%	相对误差/%
≤0.001	50
>0.001~0.005	37
>0.005~0.010	25
>0.01~0.05	22
>0.05~0.10	15
>0.10~0.50	13
>0.50~1.0	10
>1.0~5.0	9
>5.0~10.0	7

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品,每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性,当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。



GB/T 13748.21—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-37615

定价: 14.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.21—2009

GB/T 13748.21—2009

镁及镁合金化学分析方法

第 21 部分: 光电直读原子发射光谱

分析方法测定元素含量

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys—
Part 21: Determination of elements
by photoelectric direct reading atomic emission spectrometry

2009-04-15 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

表 2 (续)

元 素	波长/nm	测定范围/%
Al	308.21	0.001 0~2.00
	266.04	1.00~10.00
	305.46	1.00~12.00
	396.15	0.003 0~15.00
Cu	327.39	0.005 0~0.30
	324.75	0.000 5~0.50
	510.55	0.50~4.00
Ti	337.28	0.000 5~0.10
Ni	341.47	0.000 1~0.030
	231.60	0.002 0~1.00
Be	313.10	0.000 1~0.10
	313.04	0.000 5~0.50
Zr	339.19	0.001 0~1.00
	349.62	0.000 5~1.00
	339.46	0.001 0~1.50
Nd	406.11	0.010~3.00
	430.35	0.50~4.00

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
镁及镁合金化学分析方法
第 21 部分：光电直读原子发射光谱
分析方法测定元素含量
GB/T 13748.21—2009

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2009 年 7 月第一版 2009 年 7 月第一次印刷
*
书号：155066·1-37615 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533

7.4 工作曲线日常标准化

标准化是用于检查和校正因电子系统、光学系统、温度变化等因素引起的工作曲线的漂移，一般每次测量前要用(1~2)个标准样品或控制样品进行激发，以校正曲线的漂移，然后再激发标准物质或控制样品予以确认。

注 1：做标准化时一般不采用单点标准化。

注 2：控制样品可以在建立分析曲线的标准样品中选，也可自制，但必须保证组成均匀，定值准确，控制样品与分析试样的化学组成和冶金过程应保持基本一致。

7.5 样品的分析

将试样(6)置于仪器的激发平台上，与做工作曲线和标准化同样的激发条件进行测定，激发点应距样品边缘 5 mm~6 mm，一般激发(2~4)次，取其平均值。

7.6 数据处理

测量结果用质量分数表示，并按 GB/T 8170 规定的数值修约规则修约到相应产品标准规定的位数。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下进行 11 次独立测定，在以下给出的测定范围内，各元素分析结果的相对标准偏差不超过表 3 的规定。

4.4 光电光谱仪室环境条件:温度(23±5)℃,相对湿度≤65%,无电磁干扰及振动干扰。

5 仪器

光电光谱仪:应根据测定元素的需要进行选择,可使用真空或非真空型,应能满足分析任务所要求的波长范围、灵敏度和精度。

6 试样的制备

6.1 用车床或铣床加工试样的激发面,车削过程中不使用任何润滑剂,激发面不能有气孔、裂纹和夹渣,不能被污染,试样激发面应与标准样品或控制样品的光洁度基本一致。

6.2 试样的形状与尺寸应与标准样品或控制样品基本一致。

6.3 由熔融状态取样时,用预热过的铸铁模或钢模浇铸成型,铸模自选,但要保证试样均匀,无飞边、夹渣、气孔及裂缝。从铸锭、铸件、加工产品上取样时,应从具有代表性的部位取样,特别是镁合金样品应从不同的部位多取几个点,尽量避免偏析现象。

7 分析步骤

7.1 光电光谱仪的工作状态控制及校准

7.1.1 定期对光谱仪的暗电流、漏电、短期稳定性及长期稳定性等参数进行检查,如有异常及时进行处理。

7.1.2 光谱仪工作参数的优化:不同的仪器激发条件不同,应根据条件试验或依据说明书推荐选择最佳激发条件和激发线对。

7.1.3 光谱干扰检查:尽量选择分析元素间无相互干扰的谱线,必要时利用仪器的干扰校正功能进行干扰校正。

7.2 标准样品

根据试样的种类及化学成分选择与之相应的标准样品。

7.3 分析谱线的选择

镁及镁合金推荐的分析谱线见表2。

表 2

元 素	波长/nm	测定范围/%
Mg(内标线)	291.55	—
	517.27	
	383.83	
Fe	238.20	0.001 0~1.00
	259.94	0.001 0~2.00
	317.99	0.020~0.100
Si	288.16	0.001 0~0.050
	251.61	0.10~1.50
Mn	403.45	0.001 0~3.00
	293.30	0.010~3.00
Zn	213.81	0.000 5~1.00
	334.50	0.010~3.00
	481.05	0.50~7.00

前 言

GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》分为 21 部分:

- 第 1 部分:铝含量的测定
- 第 2 部分:锡含量的测定
- 第 3 部分:锂含量的测定
- 第 4 部分:锰含量的测定
- 第 5 部分:钪含量的测定
- 第 6 部分:银含量的测定
- 第 7 部分:锆含量的测定
- 第 8 部分:稀土含量的测定
- 第 9 部分:铁含量的测定
- 第 10 部分:硅含量的测定
- 第 11 部分:铍含量的测定
- 第 12 部分:铜含量的测定
- 第 13 部分:铅总量的测定
- 第 14 部分:镍含量的测定
- 第 15 部分:锌含量的测定
- 第 16 部分:钙含量的测定
- 第 17 部分:钾、钠含量的测定
- 第 18 部分:氯含量的测定
- 第 19 部分:钛含量的测定
- 第 20 部分:ICP-AES 测定元素含量
- 第 21 部分:光电直读原子发射光谱分析方法测定元素含量

本部分为 GB/T 13748 的第 21 部分。

本部分参考 ASTM B 954-07《用原子发射光谱法分析镁和镁合金的标准试验方法》制定。

本部分不作为仲裁方法。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位:西南铝业(集团)有限责任公司、维恩克镁基材料有限公司、东北轻合金有限责任公司、宁夏华源冶金实业有限公司、抚顺铝业有限公司。

本部分主要起草人:李跃平、张树朝、石磊、席欢、张洁、薛宁、吴豫强。

本部分参加起草人:陈喻、房中学、刘昕、王秀荣、金正哲、刘功达、徐河、郭静、张红、杨宇宏。