XB

**中华人民共和国工业和信息化部发布**

××××-××-××实施

××××-××-××发布

铈镁合金化学分析方法 铝、铜、铁、镍、锌、镧、镨、钕、钇和钆含量的测定——火花放电原子发射光谱法

Chemical Analysis Methods for Cerium-magnesium Alloys：Determination of Aluminium, Copper, Iron, Nickel, Zinc, Lanthanum, Praseodymium, Neodymium, Yttrium and Gadolinium content ——Spark Discharge Atomic emission Spectrometry

（征求意见稿）

**XB/T XXX X—202X**

中华人民共和国稀土行业标准

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。

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。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）归口。

本文件主要起草单位：中国科学院长春应用化学研究所、钢研纳克检测技术股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、北方工业大学、国合通用测试评价认证股份公司、江西理工大学。

本文件主要起草人：孙伟、邱鑫、史玉涛、温斌、江媛、于磊、陈吉文、刘和连、吴伟明、段太成、杨复光、周建华。

铈镁合金化学分析方法 铝、铜、铁、镍、锌、镧、镨、钕、钇和钆含量的测定——火花放电原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了铈镁合金中杂质元素的火花放电原子发射光谱分析方法。

本文件适用于铈镁合金中铝、铜、铁、镍、锌、镧、镨、钕、钇、钆10 种元素的同时测定, 测定范围见表1。

表1 各元素测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素/元素符号 | 测定范围（质量分数）/% | 元素/元素符号 | 测定范围（质量分数）/% |
| 铝/Al | 0.01~0.3 | 镧/La | 0.01~0.17 |
| 铜/Cu | 0.003~0.07 | 镨/Pr | 0.01~0.13 |
| 铁/Fe | 0.007~0.7 | 钕/Nd | 0.01~0.17 |
| 镍/Ni | 0.0045~0.06 | 钇/Y | 0.01~0.07 |
| 锌/Zn | 0.004~0.18 | 钆/Gd | 0.01~0.20 |

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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/T 14203 火花放电原子发射光谱分析法通则

GB/T 39125 铈镁合金

GB/T 4336-2016 碳素钢和中低合金钢 多元素含量的测定 火花放电原子发射光谱法(常规法)

GB/T 7999-2015 铝及铝合金光电直读发射光谱分析方法

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

3 术语和定义

GB/T 14203 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法提要

在氩气气氛中，将加工好的样品置于激发台上，与钨极组成电极对，在高压电源的作用下火花放电。火花放电产生的能量使样品在分析间隙处蒸发、解离或电离，发射出特征谱线。经色散系统进行分光后，测量选定内标元素和被测元素的光谱强度，通过谱线强度或强度比在校准曲线上计算出被测元素的含量。

5 试剂与材料

5.1 无水乙醇(分析纯)。

5.2 标准样品：用于建立校准曲线，其化学成分、冶金加工过程、组织状态应与测试样品相近，既能涵盖分析元素的测定范围，又有适当质量分数梯度，并采用准确可靠的方法定值。条件允许时，应优先选用有证标准样品。

5.3 氩气(纯度 ≥99.995% )。

6 仪器和样品

6.1 火花放电原子发射光谱仪

火花放电原子发射光谱仪需能满足测定任务所要求的波长范围、稳定性、灵敏度和精度。其中波长范围宜选120 nm～500 nm，分析条件取决于相应仪器型号。

6.2 仪器使用环境条件

火花放电原子发射光谱仪应放置于防震、洁净的实验室中。环境温度和湿度按照仪器厂家要求控制。电源电压变化应小于±10%，频率变化小于±2%。

6.3 分析谱线

本文件推荐的内标线、分析谱线见表2。

表2 分析谱线

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 分析线 /nm |
| 铝/Al | 139.62、396.1 |
| 铜/Cu | 132.47、327.4、324.7 |
| 铁/Fe | 123.82、259.9、238.2 |
| 镍/Ni | 135.24、231.6、231.6 |
| 锌/Zn | 221.38、213.8 |
| 镧/La | 141.23、408.6 |
| 镨/Pr | 142.25、410.1 |
| 钕/Nd | 141.09、410.9 |
| 钇/Y | 136.11、332.7、224.3 |
| 钆/Gd | 342.2、335.0 |
| 铈/Ce | 141.38、413.7 |
| 内标线（Mg）：118.28、291.5 |

6.4 样品制备

铈镁合金炉前采样宜用直径40~60mm圆形模具浇铸，建议在样品的中间圆环处取均匀点测试。测试表面可选择车床或铣床加工，也可以100~200目水砂纸磨平，最后用酒精清洗并吹干表面。

图1 圆形铸态样块取点测试方法

7 分析步骤

7.1预激发

分析工作前，仪器应通氩气并预热一定时间，待仪器稳定后，激发一块标准试样，确认仪器处于正常工作状态。

7.2分析参数

7.2.1 分析参数优化：不同仪器激发条件不同，依据火花放电原子发射光谱仪的说明书和条件试验，选择合适的激发条件、分析线对及其他工作参数。

7.2.2 光谱干扰检查：尽量选择无相互干扰的谱线，必要时可利用仪器的干扰校正功能进行干扰校正。

7.3 校准曲线的建立

根据试样的元素种类和分析范围，原则上选择5个水平以上的标准样品；在所选定的工作条件下，每个标准样品至少激发4次，绘制分析元素的光谱强度（或强度比）与含量（或含量比）的关系曲线作为校准曲线。如有必要，应进行基体校正或干扰矫正。

7.4 校准曲线的校准

7.4.1 标准化

仪器在长期使用过程中，由于电子系统、光学系统、环境等因素变化，导致光谱强度发生变化。为了不重新绘制校准曲线，需利用标准化样品定期对仪器进行标准化，时间间隔取决于仪器的稳定性。标准化样品应非常均匀并覆盖每个元素在校准曲线的上限和下限。标准化样品可以从标准样品中选出，也可以专门制备。

7.4.2 控制样品校准

必要时，可选择控制样品校准。控制样品与试样具有相似的化学成分、冶金加工过程和组织状态，并已做标准值定值。在所选定的工作条件下，将控制样品与分析试样同时分析，利用控制样品分析结果的偏差对试样的分析结果进行修正。

7.5 试样分析

在所选定的工作条件下，将试样置于火花放电原子发射光谱仪的激发台上，激发点位置建议如图1所示，试样宜激发4次及以上，取其平均值作为分析结果。为保证分析结果的可靠性，待测元素的含量，应在校准曲线所用的一系列标准样品的含量范围内。

7.6 数据处理

分析结果以质量分数（%）表示，按照GB/T 8170 将分析结果修约到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，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），且超过重复性限（r）的情况不超过5%。重复性限（r）按将测量平均值代入表4的函数关系式计算得到。

8.2 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，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），且超过再现性限（R）的情况不超过5%。再现性限（R）按将测量平均值代入表3函数关系式计算得到。

表3 精密度数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 含量范围w% | 重复性限 r% | 再现性限 R% |
| 铝/Al | 0.01～0.3 | r=0.0012+0.0463w | R=0.0021+0.0735w |
| 铜/Cu | 0.003～0.07 | lgr=-1.5109+0.7173lgw | lgR=-1.4689+0.6976lgw |
| 铁/Fe | 0.007～0.7 | lgr=-1.2522+0.8527lgw | lgR=-0.7942+0.9838lgw |
| 镍/Ni | 0.0045～0.06 | r=0.0004+0.0625w  | R=0.0002+0.1099w  |
| 锌/Zn | 0.004～0.18 | r=0.0002+0.0568w | R=0.0011+0.0668w  |
| 镧/La | 0.01～0.17 | lgr=-1.2782+0.8515lgw  | lgR=-1.2972+0.6792lgw  |
| 镨/Pr | 0.01～0.13 | r=0.0011+0.0704w  | R=0.1296w |
| 钕/Nd | 0.01～0.17 | r=0.0005+0.0934w | R=0.1702w  |
| 钇/Y | 0.01～0.07 | r=0.0001+0.0834w  | R=0.0003+0.0892w  |
| 钆/Gd | 0.01～0.20 | r=0.0013+0.0737w | lgR=-1.1003+0.7357lgw |

9 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：

1. 试样名称；
2. 本标准名称及编号；
3. 分析结果极其表示；
4. 与基本分析步骤的差异；
5. 测定中观察到的异常现象；
6. 试验日期。