

中华人民共和国国家标准

GB/T 7999—2015
代替 GB/T 7999—2007

铝及铝合金光电直读 发射光谱分析方法

Optical emission spectrometric analysis method of
aluminum and aluminum alloys

2015-09-11 发布

2016-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 7999—2007《铝及铝合金光电直读发射光谱分析方法》，与之相比主要变化如下：

- 增加了“警告”；
- 在“1 范围”中增加了钡、硼、锂、铈 4 个元素；
- 表 1、表 2，按元素英文名称重新调整了排列顺序；
- 扩展了铋、镉、钙、铬、镓、铅、镍、钠、钒、锌、锆 11 个元素的分析下限；
- “4 辅助设备、材料、环境”中增加了“标准化样品、控制样品”的规定；
- “5 仪器”中增加了仪器安全保障的规定；
- “6 试样”的内容改为“试样应满足 GB/T 17432 的要求”；
- 重新编写了“7 分析步骤”；
- “表 2”中的“测定范围”改为“可能的干扰元素及其波长”；钙、铈、铅、镁、锰、镍、钒等 7 个元素各增加一条推荐分析谱线；Ga 元素的谱线修正为“294.36”nm；
- 增加质量分数 $\leq 0.000 5\%$ 的允许差和重复性的规定；
- “9 质量保证与控制”归纳入“7 分析步骤”中；
- 增加了“9 试验报告”。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位：东北轻合金有限责任公司、有色金属技术经济研究院。

本标准参加起草单位：新疆众和股份有限公司、昆明冶金研究院、贵州省理化测试分析研究中心、广州有色金属研究院、苏州有色金属研究院、鹤壁市质量技术监督检验测试中心、抚顺铝业有限公司、包头铝业股份有限公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院、西南铝业(集团)有限责任公司、中铝瑞闽铝板带有限公司、福建省南平铝业有限公司、中铝西北铝加工分公司、镇江鼎盛铝业有限公司、中国铝业股份有限公司贵州分公司、锦州出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：周兵、刘昕、姚佳、席欢、吴斌、刘英波、张继东、李付江、肖丽梅、赵世卓、罗舜、孙红英、崔爽、吴静敏、张颖、宋玉萍、曾萍、吕新宇、刘双庆、李伟杰、郑枫、兰政、王曹宇、陈小明、冯东升。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7999—1987、GB/T 7999—2000、GB/T 7999—2007。

铝及铝合金光电直读 发射光谱分析方法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了铝及铝合金中合金元素及杂质的光电直读发射光谱分析方法。

本标准适用于铝及铝合金中锑、砷、钡、铍、铋、硼、镉、钙、铈、铬、铜、镓、铁、铅、铷、镁、锰、镍、磷、铀、硅、钠、锶、锡、钛、钒、锌、锆 28 个元素的同时测定,测定范围见表 1。

表 1

元素/元素符号	测定范围/%	元素/元素符号	测定范围/%
Antimony(锑)/Sb	0.004 0~0.50	Lithium(锂)/Li	0.000 5~0.010
Arsenic(砷)/As	0.006 0~0.050	Magnesium(镁)/Mg	0.000 1~11.00
Barium(钡)/Ba	0.000 1~0.005	Manganese(锰)/Mn	0.000 1~2.00
Beryllium(铍)/Be	0.000 1~0.20	Nickel(镍)/Ni	0.000 1~3.00
Bismuth(铋)/Bi	0.001 0~0.80	Phosphorus(磷)/P	0.000 5~0.005 0
Boron(硼)/B	0.000 1~0.003 0	Scandium(钪)/Sc	0.050~0.30
Cadmium(镉)/Cd	0.000 1~0.030	Silicon(硅)/Si	0.000 1~15.00
Calcium(钙)/Ca	0.000 1~0.005 0	Sodium(钠)/Na	0.000 1~0.005 0
Cerium(铈)/Ce	0.050~0.60	Strontium(锶)/Sr	0.001 0~0.50
Chromium(铬)/Cr	0.000 1~0.50	Tin(锡)/Sn	0.001 0~0.50
Copper(铜)/Cu	0.000 1~11.00	Titanium(钛)/Ti	0.000 1~0.50
Gallium(镓)/Ga	0.000 1~0.050	Vanadium(钒)/V	0.000 1~0.20
Iron(铁)/Fe	0.000 1~5.00	Zinc(锌)/Zn	0.000 1~13.00
Lead(铅)/Pb	0.000 1~0.80	Zirconium(锆)/Zr	0.000 1~0.50

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17432 变形铝及铝合金化学成分分析取样方法

3 方法提要

在氩气气氛中,将按要求加工好的试样置于激发台上,作为一个电极,光源发生器产生的能量使分析物蒸发、原子化并激发,发射出待测元素的特征谱线,经色散系统进行分光后,对选定的内标线和分析线的强度进行测量,根据分析线对的相对强度,由数据处理系统在工作曲线上直接读出结果,实现对试样中待测元素的定量分析。

4 辅助设备、材料、环境

4.1 试样加工用设备

车床或铣床。

4.2 激发间隙保护气体

氩气(纯度 $\geq 99.995\%$),建议使用氩气净化装置。

4.3 光电直读发射光谱仪环境条件

光电直读发射光谱仪应放置于防电磁干扰、防震及无气体腐蚀的实验室中;环境温度和湿度按照光电直读发射光谱仪要求控制。

4.4 标准样品

用于建立工作曲线,应为国家级或公认的权威机构研制的,并能涵盖分析元素的测定范围,同时又有适当质量分数梯度。3个及以上的标准样品作为一个系列。

4.5 标准化样品

标准化样品应非常均匀且有适当的含量,可以在用于建立工作曲线的标准样品中选,也可以自制;自制的应保证样品均匀稳定、再现性好。

4.6 控制样品

控制样品应具有准确定值,其化学成分、冶金加工过程、组织状态最好与试样基本一致。控制样品可以自制,自制的必须保证样品均匀稳定、再现性好、定值准确。

5 仪器

5.1 光电直读发射光谱仪。

5.2 光电直读发射光谱仪应带有使用安全互锁的电源限制。

5.3 光电直读发射光谱仪应带有过滤排气装置,以处理从激发室中排出的可能有毒的烟尘,并将废氩气排到室外。过滤系统应根据仪器说明书的规定定期进行清洁或更换。

6 试样

试样应满足 GB/T 17432 的要求。

7 分析步骤

7.1 光电直读发射光谱仪工作状态控制

7.1.1 根据光电直读发射光谱仪要求及规定,检查仪器状态,如有异常及时处理。

7.1.2 应用有证标准物质每周或每两周校核一次分析方法的有效性,当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

7.1.3 按校准规范定期对仪器进行校准。

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,依据光电直读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。

7.2.3 分析谱线

本标准推荐的内标线、分析谱线,同时列出可能的干扰元素及其波长,见表 2。

表 2

元素/元素符号	波长/nm	可能的干扰元素及其波长/nm	元素/元素符号	波长/nm	可能的干扰元素及其波长/nm
Aluminum(Al) (内标线)	305.47 266.04 256.79		Cerium(铈)/Ce	399.92 357.75 446.02	
Antimony(锑)/Sb	259.80 231.14	Co 231.16 Fe 259.83 Mn 259.81	Chromium(铬)/Cr	425.43 267.71	
Arsenic(砷)/As	234.98 193.75		Copper(铜)/Cu	324.75 510.55	
Barium(钡)/Ba	455.40		Gallium(镓)/Ga	417.21 294.36	Fe 417.21 Ti 417.19 Cr 417.16
Beryllium(铍)/Be	313.04				
Bismuth(铋)/Bi	306.77				
Boron(硼)/B	249.77	Fe 249.78	Iron(铁)/Fe	239.56	
	249.67	Mn 249.77		371.99	
	208.95	Mo 208.95		273.07	
Cadmium(镉)/Cd	228.80	As 228.81		259.93	
				271.44	
Calcium(钙)/Ca	393.36	Fe 393.36	Lead(铅)/Pb	368.34	Mn 405.79 Mg 405.76
	396.85			405.78	
				283.30	

表 2 (续)

元素/元素符号	波长/nm	可能的干扰元素及其波长/nm	元素/元素符号	波长/nm	可能的干扰元素及其波长/nm
Lithium(锂)/Li	610.36 670.78 323.26	Fe 323.27 Sb 323.25	Silicon(硅)/Si	288.15 251.61 390.55	Cd 288.12 Cr 390.56
Magnesium(镁)/Mg	279.07 279.55 285.21 382.93		Sodium(钠)/Na	589.00 589.59	
			Strontium(锶)/Sr	460.73	
			Tin(锡)/Sn	317.50	
Manganese(锰)/Mn	403.45 293.30 259.37 263.82		Titanium(钛)/Ti	337.28 374.16	
			Vanadium(钒)/V	311.07 310.23 437.92	
Nickel(镍)/Ni	231.60 341.47 352.45	Zr 341.46	Zinc(锌)/Zn	213.85 334.50 330.26	
			Phosphorus(磷)/P	178.28	
Scandium(钪)/Sc	391.18 357.25		Zirconium(锆)/Zr	339.19 343.82	

7.3 工作曲线的建立

根据试样的合金类型或牌号,选择一系列标准样品;在所选定的工作条件下,激发该系列标准样品,每个标准样品至少激发4次,利用所有要点(至少3个)自动建立一个有效的工作曲线。如有必要应进行基体校正或干扰校正。

7.4 工作曲线的校准

7.4.1 标准化

利用标准化样品定期对仪器进行校准,校正因电子系统、光学系统、温度、湿度等因素变化引起的工作曲线的漂移,从而确保分析的准确度。

标准化的时间间隔取决于仪器的稳定性。

注:不建议采用单点标准化。

7.4.2 控制样品校准

必要时,可根据试样的种类,选择相应的控制样品,在所选定的工作条件下,与试样平行分析,对试样分析结果进行校准。

7.5 试样分析

在所选定的工作条件下,将试样(第6章)置于光电直读发射光谱仪的激发台上,激发点距样品边缘

宜 5 mm~6 mm, 试样宜激发 2 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, 应在工作曲线所用的一系列标准样品的含量范围内。

7.6 数据处理

分析结果用质量分数表示, 并按照 GB/T 8170 规定的数字修约规则, 将分析结果修约到相应产品标准规定的位数。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的 11 次独立测试结果的测定值, 在以下给出的测定范围内, 这 11 个测试结果的相对标准偏差不得超过表 3 的规定。

表 3

测定元素含量/%	相对标准偏差/%
≤ 0.0005	25
$> 0.0005 \sim 0.001$	14
$> 0.001 \sim 0.01$	9
$> 0.01 \sim 0.10$	6
$> 0.10 \sim 0.50$	5
$> 0.50 \sim 1.0$	2.5
$> 1.0 \sim 8.0$	2
> 8.0	1.5

8.2 允许差

实验室之间分析结果的相对误差应不大于表 4 所列允许差。

表 4

测定元素含量/%	相对允许差/%
≤ 0.0005	50
$> 0.0005 \sim 0.001$	40
$> 0.001 \sim 0.01$	25
$> 0.01 \sim 0.10$	17
$> 0.10 \sim 0.50$	14
$> 0.50 \sim 1.0$	7
$> 1.0 \sim 8.0$	6
> 8.0	5

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内容：

- 试样；
 - 使用的标准(包括发布或出版年号)；
 - 使用的方法(如果标准中包括几个方法)；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-

中华人民共和国
国家标准
铝及铝合金光电直读
发射光谱分析方法
GB/T 7999—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

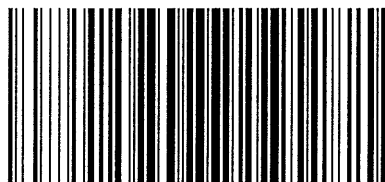
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2015年9月第一版 2015年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-52363



GB/T 7999-2015

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)68510107