



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3915—2014

铝及铝合金中镁、硅、钛、锰、铁、镍、铜、 锌、镓的测定 X 射线荧光光谱法

Determination of magnesium, silicon, titanium, manganese, iron, nickel, copper, zinc, gallium in aluminum and aluminum alloy—X ray fluorescence spectrometry

2014-04-09 发布

2014-11-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国青海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：戴达勇、李连通、郭庆斌、张荣、李莉。

铝及铝合金中镁、硅、钛、锰、铁、镍、铜、 锌、镓的测定 X 射线荧光光谱法

1 范围

本标准规定了铝及铝合金中镁、硅、钛、锰、铁、镍、铜、锌、镓含量的 X 射线荧光光谱法测定方法。本标准适用于铝及铝合金中镁、硅、钛、锰、铁、镍、铜、锌、镓的测定,测定范围见表 1。

表 1 方法的测定范围

%

元 素	测 定 范 围
Si	0.008 4~1.18
Fe	0.006 4~1.20
Cu	0.004 1~0.093
Mn	0.000 25~0.205
Mg	0.002 7~0.143
Ni	0.000 40~0.114
Zn	0.003 0~0.188
Ti	0.001 0~0.086
Ga	0.003 4~0.050

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 16597 冶金产品分析方法 X 射线荧光光谱法通则

3 方法提要

将试样的分析面加工成光洁平面,在选定的仪器测量条件下,测定样品中待测元素特征谱线和内标元素铝的特征谱线的 X 射线荧光强度,根据待测元素特征谱线和内标元素铝的特征谱线的 X 射线荧光强度比值与待测元素含量之间的定量关系,选用合适的回归方法和数学校正模式,计算出待测元素的含量。

4 试剂与材料

4.1 亚甲烷气体(10%甲烷+90%氩气)。

4.2 有证铝及铝合金标准物质;光谱用标准试块。各元素应至少有 6 块标准样品,其含量应有一定间

隔,并覆盖待测元素的测定范围。

5 仪器

5.1 波长色散 X 射线荧光光谱仪,符合 GB/T 16597 的规定。

5.2 试样加工设备:车床或铣床。

6 分析步骤

6.1 试样制备

试样为块状样品,其最大横截尺寸不得超过 42 mm,长度在 20 mm~40 mm。样品分析面用车床或铣床加工成光洁的平面,并保证在制样过程中试样不氧化,制样过程中应使用无水乙醇冷却。

6.2 X 射线荧光光谱分析

6.2.1 测量条件

各元素测定的特征谱线以及特征谱线的测量条件通过优化获得,X 射线荧光光谱仪的测量条件参见附录 A。

6.2.2 标准曲线的制作

选取不少于 6 块铝及铝合金标准物质(4.2)按照 6.1 进行制备,并按 6.2.1 确定的测量条件测定各元素特征谱线的 X 射线荧光强度,用铝元素作为内标,进行基体效应校正和谱线干扰校正,制作标准曲线。

6.3 测定

6.3.1 漂移校正

选择合适的漂移校正样品进行仪器的漂移校正。可采用单点校正或两点校正,校正的间隔时间可根据仪器的稳定性决定。当更换载气计数器的的气体后,必须进行漂移校正。

6.3.2 试样测定

仪器预热并稳定后,按选定的测量条件测定样品(6.1)中待测元素特征谱线的 X 射线荧光强度。

6.4 结果计算

根据测出的试样中各元素特征谱线的 X 射线荧光强度,按标准曲线计算出各元素的含量。

元素含量在 1% 以上时,计算结果表示到小数点后 2 位;元素含量在 0.10% 以下时,计算结果表示到 2 位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性附录)
X 射线荧光光谱仪测量条件

推荐 X 射线荧光光谱仪条件见表 A.1。

表 A.1 X 射线荧光光谱仪条件

元素	谱线	分光晶体	准直器 μm	检测器	电流 mA	电压 kV	峰位 (°)	背景 (°)	测量时间 s
Mg	MgK _α	PX1	700	Flow	25	160	22.587	-1.324,1.475, -0.748,0.936	12
Si	SiK _α	PE 002-C	300	Flow	25	160	109.074	2.473	11
Ti	TiK _α	PX10	300	Flow	60	66	86.177	1.013	9
Mn	MnK _α	PX10	300	Duplex	60	66	62.972	-0.996	9
Fe	FeK _α	PX10	300	Duplex	60	66	57.525	1.031	11
Ni	NiK _α	PX10	300	Duplex	60	66	48.661	1.051	9
Cu	CuK _α	PX10	300	Duplex	60	66	45.011	1.126	9
Zn	ZnK _α	PX10	300	Scint	60	66	41.774	-0.878	9
Ga	GaK _α	PX10	300	Scint	60	66	38.885	0.971	9
Al	AlK _β	PE 002-C	300	Flow	25	160	131.082	-2.010,5.551	11
