



中华人民共和国国家标准

GB/T 26042—2010

锌及锌合金分析方法 光电发射光谱法

Methods for analysis of zinc and zinc alloys—
The optical emission spectrometry

(ISO 3815-1:2005, Zinc and zinc alloys—
Part 1: Analysis of solid samples by optical emission spectrometry, MOD)

2011-01-10 发布

2011-10-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准修改采用 ISO 3815-1:2005《锌及锌合金 第 1 部分：固体试样的光电发射光谱分析法》(英文版)。与 ISO 3815-1:2005 相比,对原标准在以下方面的技术内容做了修改和补充：

- 标准名称改为《锌及锌合金分析方法 光电发射光谱法》；
- 规范性引用文件中修改为引用我国标准；
- 明确了测定元素及其测定范围；
- 增加附录 A 试样制备；
- 附录 B 中的数据来自于起草单位重新做的试验结果。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂。

本标准参加起草单位：中国有色金属工业标准计量质量研究所、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、河南豫光金铅股份有限公司。

本标准主要起草人：李岩、董秀文、师世龙、涂小红、邓乐章、赵永善、刘丽敏、丁爱梅、王军学、孔建敏。

锌及锌合金分析方法
光电发射光谱法

1 范围

本标准规定了锌及锌合金中铅、镉、铁、铜、锡、铝、镁含量的光电发射光谱分析方法。
本标准适用于锌及锌合金产品分析,各元素的测定范围见表 1。
本标准包括制备锌及锌合金分析试样的推荐方法。

表 1 元素及测定范围

元 素	测定范围/%
Pb	0.000 5~1.40
Cd	0.000 5~0.020
Fe	0.000 5~0.10
Cu	0.000 06~5.00
Sn	0.000 2~0.002 0
Al	0.000 2~28.00
Mg	0.000 5~0.10

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 470 锌锭(GB/T 470—2008,ISO 752:2004,MOD)
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8738 铸造用锌合金锭
- GB/T 12689(所有部分) 锌及锌合金化学分析方法
- GB/T 26043—2010 锌及锌合金取样方法(ISO 20081:2005,MOD)

3 术语和定义

GB/T 26043—2010 中的术语和定义以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

光电发射光谱法

测量试样被激发时试样中各元素发射出的电磁辐射强度的方法。

注 1: 每个元素发射出特定的波长,其发射强度与每个元素的含量有关。

4 取样

按照 GB/T 26043—2010 中 7.1 的规定取样。

5 试样制备

试样应适合光电发射光谱分析。其形状和大小可根据试样夹具和使用的仪器而定。试样表面按照仪器操作手册的要求制备。推荐的试样制备方法见附录 A。

6 分析步骤

6.1 一般规定

采用光电发射光谱法分析固体试样,试样应符合第 5 章的规定。分析 GB/T 470、GB/T 8738 标准中锌及锌合金的杂质元素及合金元素时,可以使用不同的分析线,常用的分析线见附录 B。

分析线的选择取决于分析程序和光谱仪型号。

仪器的检出限见附录 C。

6.2 校准

所用仪器应当能够检出和测定相关产品标准(见 6.1)中规定的所有元素。

校准光谱仪时,应当优先选择有证标准物质(CRM),其次是标准物质(RM),最后是内控标准物质(IRM)。

如果使用内控标准物质,按照 GB/T 12689 中的分析方法测定其化学成分。

应在合理的周期内对仪器进行再校准。用于再校准的标准试样,应当有与被分析试样相近的物理和化学性质。

6.3 分析方法

通常,每个试样至少应当激发 2 次。如果测试结果不一致或者怀疑仪器有故障,应当在同一试样的新表面上重新进行测试。

注:对于某个具体的实验室,如果取样频率足够高且有历史数据支持,每个试样可以只测试 1 次,但一批试样的测试结果应当至少是 2 次测试的平均值。

6.4 结果表示

测试结果以质量分数表示,计算 6.3 中所有有效单次测试结果(不包括有问题的单次测试结果)的算术平均值最终结果。

测试结果按照 GB/T 470、GB/T 8738 标准的规定表示,按 GB/T 8170 中有关规定进行数值修约。

6.5 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 样品标识;
- b) 试验结果;
- c) 实验室或测试机构名称;

- d) 试验报告日期；
- e) 本标准编号；
- f) 实验室负责人或其他责任人签名。

附录 A
(资料性附录)
试样制备

A.1 设备

- A.1.1 能够满足试样加工要求的车床或铣床。
- A.1.2 箱式电阻炉。
- A.1.3 带盖高纯石墨坩埚, 见图 A.1。

单位为毫米

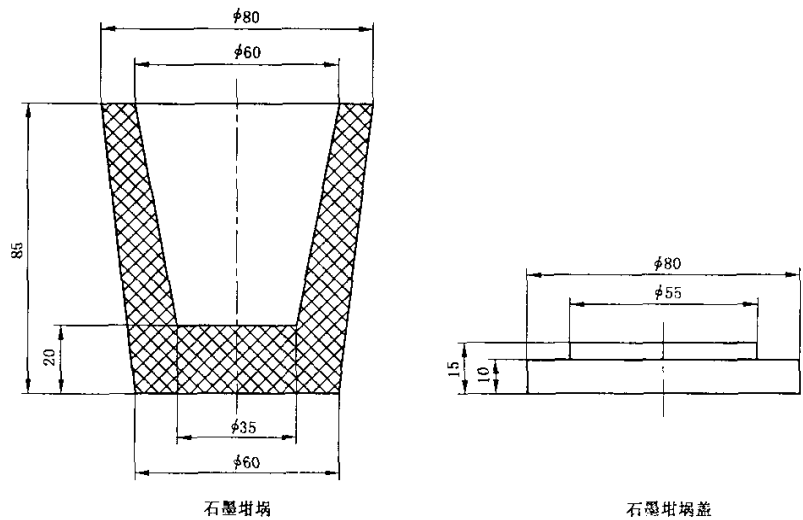


图 A.1 高纯石墨坩埚示意图

- A.1.4 熔铸模可以选用不锈钢、纯铜或高纯石墨材料制作, 见图 A.2。

单位为毫米

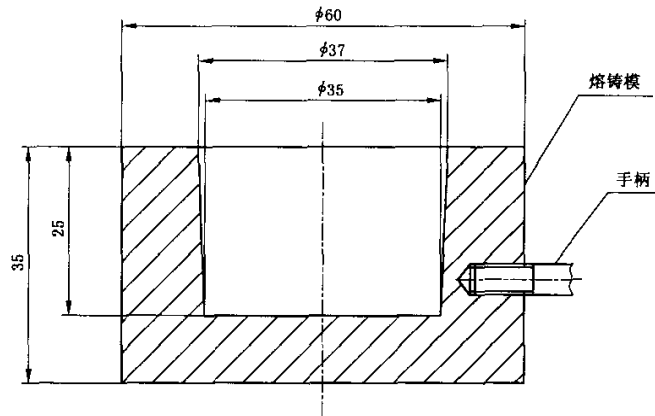


图 A.2 熔铸模示意图

A.2 试样制备

A.2.1 炉前试样的制备

在生产过程中,用高纯石墨工具或其他适宜的工具接取有代表性的锌液,并迅速将其倒入熔铸模(图 A.2)中,空冷,脱模取出试样。

A.2.2 试样的熔铸

钻屑试样应剪碎至 5 mm 以下,混合均匀缩分至 200 g~400 g,用磁铁除铁后,装入石墨坩埚(图 A.1)中,盖上石墨坩埚盖,移入已升温至 540 °C~560 °C 的箱式电炉中,保温 10 min~15 min(也可根据试样的成分特点,选择适宜的加热温度和保温时间),使试样完全熔化,并适当摇动(可用石英棒轻微搅动),取出坩埚,迅速将其倒入熔铸模(图 A.2)中,空冷,脱模取出试样。

其他形状的试样也可采用上述方法熔铸,但试样表面应清理干净。

A.3 试样加工

试样的测试面应切去 1.0 mm~1.5 mm,加工成光洁、平整、无气孔、无夹杂、无裂纹等缺陷的平面。加工过程中不得使用润滑剂,切削速度以试样不氧化为宜。试样应当有一个新鲜的测试表面。有明显的脏污、陈旧、氧化、疏松、夹杂或其他外来物质,或被反复处理已经污染的表面应当重新加工。测试表面应当有与标准物质相同的粗糙度。

A.4 熔铸质量判别

熔铸试样应当均匀,具有代表性,同一试样其主要元素的两次激发测试值之间的相对误差应不大于 2%;反之,则应考虑调整试样的熔铸条件,如:加热温度、保温时间、铸模形状等。

附 录 B
(资料性附录)
精 密 度

表 B.1 重复性和再现性

元 素	含量(质量分数)/%	$r/\%$	$R/\%$
Pb	0.000 94	0.000 22	0.000 25
	0.002 5	0.000 4	0.000 5
	0.008 4	0.001 0	0.001 2
	0.014	0.001 6	0.002
	0.030	0.003	0.004
	0.49	0.03	0.04
	1.25	0.05	0.07
Cd	0.000 30	0.000 10	0.000 12
	0.000 60	0.000 18	0.000 22
	0.002 3	0.000 3	0.000 4
	0.010 3	0.000 9	0.001 1
	0.022 4	0.001 8	0.002 0
	0.145	0.009	0.010
Fe	0.000 90	0.000 20	0.000 25
	0.001 7	0.000 3	0.000 4
	0.004 1	0.000 4	0.000 5
	0.012	0.002	0.003
	0.050	0.005	0.006
	0.36	0.04	0.06
Cu	0.000 09	0.000 04	0.000 05
	0.000 32	0.000 08	0.000 10
	0.001 7	0.000 2	0.000 3
	0.007 0	0.000 7	0.000 8
	0.021 5	0.001 8	0.002 0
	0.063	0.004	0.005
	0.354	0.024	0.028
	0.98	0.04	0.06
	2.32	0.10	0.15
	6.05	0.25	0.30

表 B.1 (续)

元 素	含量(质量分数)/%	r/%	R/%
Sn	0.000 21	0.000 12	0.000 15
	0.000 78	0.000 22	0.000 25
	0.001 7	0.000 3	0.000 4
	0.004 7	0.000 8	0.001 0
	0.011 1	0.001 5	0.002 0
	0.038	0.003	0.004
Al	0.000 50	0.000 15	0.000 18
	0.001 0	0.000 2	0.000 3
	0.014	0.002	0.003
	0.137	0.015	0.020
	1.55	0.08	0.12
	3.05	0.13	0.20
	7.03	0.24	0.40
	11.61	0.40	0.55
	27.40	0.70	0.80
Mg	0.000 40	0.000 15	0.000 20
	0.002 8	0.000 3	0.000 4
	0.004 9	0.000 5	0.000 6
	0.020	0.002	0.003
	0.053	0.004	0.005
	0.099	0.006	0.008

附 录 C
(资料性附录)
分 析 线

表 C.1 给出了光电发射光谱仪分析锌和锌合金的常用分析线。

表 C.1

元 素	分析线/nm
Zn	481.0
Pb	405.7 ^a ;368.3
Cd	228.8;361.0
Fe	371.9
Cu	327.4;324.7;510.5 ^b
Sn	317.5
Al	396.1;394.4;305.2 ^c
Mg	285.20;279.08;382.9
注：如果分析结果相同,也可选择其他分析线。	
^a 405.7 nm 分析线用于 1.5%以下 Pb 含量的分析。	
^b 510.5 nm 分析线用于 0.5%~5% Cu 含量的分析。	
^c 305.2 nm 分析线用于 4%~30% Al 含量的分析。	

附 录 D
(资料性附录)
检 出 限

表 D.1 是火花源光电发射光谱仪(OES)可得到的最低检出限(LOD)数据。

表 D.1

元 素	分析线/nm	检出限*/(μg/g)
Pb	405.7	<1
Cd	228.8	0.1
Fe	371.8	1
Cu	324.7	<1
Sn	317.5	1
Al	396.1	0.2
Mg	279.0	<1
* LOD=3S ₀ , S ₀ =零浓度时的标准偏差。		