

直读光谱测定镁合金中的铝、锌、锰、铜、硅、镍

PDA-018

摘要：参考国标《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》，利用岛津 PDA-7000 直读光谱仪建立了镁合金常规元素的分析方法，并评价了该方法的短期精度和准确度。

关键词：PDA 直读光谱 OES 镁合金

镁合金是一种轻合金，它是以镁为基础加入其他元素组成的合金。其特点是：密度小，强度高，弹性模量大，散热好，消震性好，广泛应用于航空、航天、汽车、电信产品和军工等领域。

我国是世界上镁储量最大的国家，产量也居世界第一，占全球镁产量的 2 / 3。在工业应用中，镁合金一般分为变形镁合金和铸造镁合金两大类。

本文参考国标 GB/T 13748.21-2009，利用岛津 PDA-7000 直读光谱仪，选用西南铝厂生产的镁合金标样建立工作曲线，并验证了该方法的短期精度和准确度。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 PDA-7000 直读光谱仪
日本 STC TS2D 型自动铣床

1.2 分析条件

光源条件：Combined Spark 150 Hz
预燃时间：1500 脉冲
积分时间：1200 脉冲
内标元素：Mg 383.8
氩气纯度：>99.995 %

1.3 样品制备

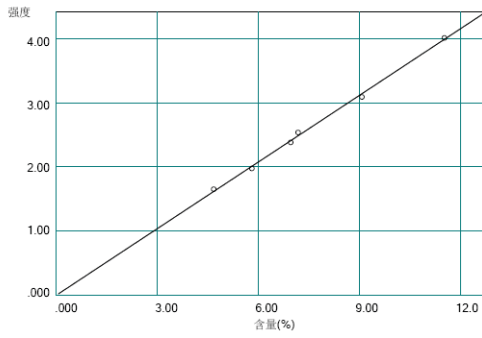
镁合金样品因质地较软，为防止分析面的二次污染，一般不适合用砂带研磨机加工，推荐用车床或铣床，本方法采用日本 STD 自动铣样机加工样品。



■ 结果讨论

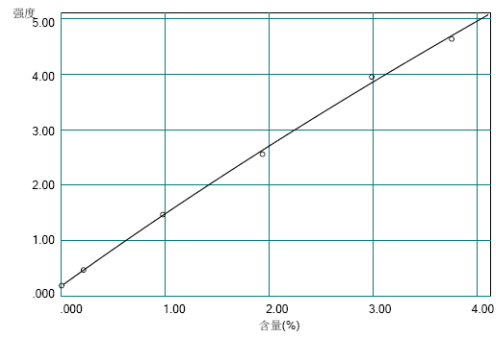
2.1 工作曲线

用西南铝标样 E2600~E2616 按本方法条件建立工作曲线，曲线线性良好，主要元素工作曲线见下图：



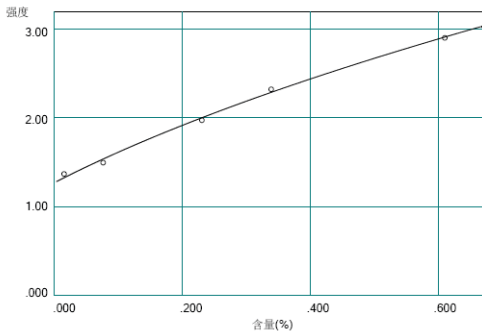
[系数] a b c d S.D
.000000000 .000000000 2.87934613 .024740417 .132529472

图 1 Al 元素工作曲线 (237.2 nm)



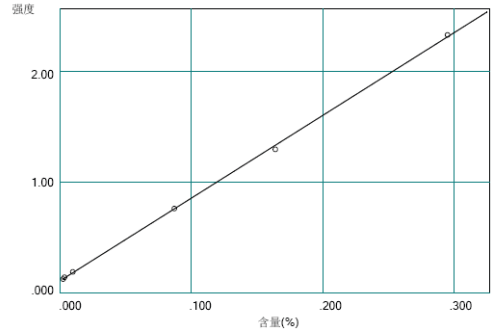
[系数] a b c d S.D
.000000000 .020166746 .734263134 -.12830433 .071080000

图 2 Zn 元素工作曲线 (334.5 nm)



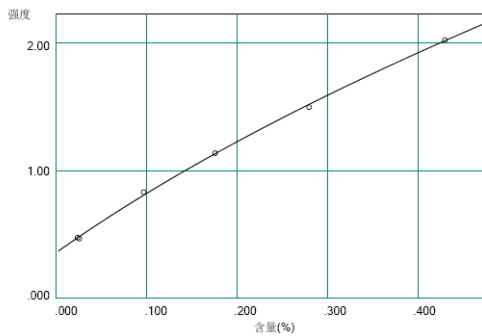
[系数] a b c d S.D
.000000000 .062180292 .111067295 -.24007562 .017115209

图 3 Mn 元素工作曲线 (293.3 nm)



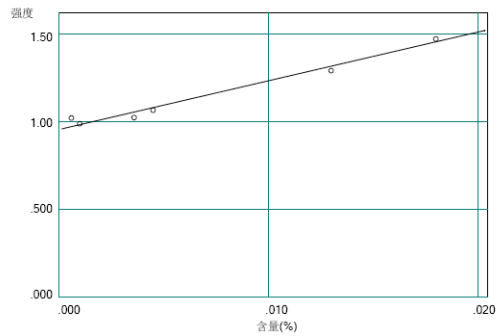
[系数] a b c d S.D
.000000000 .000000000 .133507498 -.01424051 .002889659

图 4 Cu 元素工作曲线 (327.4 nm)



[系数] a b c d S.D
.000000000 .036266032 .172277243 -.06521262 .005321275

图 5 Si 元素工作曲线 (251.6 nm)



[系数] a b c d S.D
.000000000 .000000000 .035918693 -.03428388 .001205929

图 6 Ni 元素工作曲线 (231.6 nm)

2.2 测试数据

工作曲线校正后，选用西南铝 E2627 标样作为验证样，连续测试 11 次，统计相对标准偏差和平均值，和国标 GB/T13748.21-2009 中的规定值进行对比，见下表：

表 1 标样 E2627 短期精度统计 (%)

| 元素 | Al | Zn | Mn | Cu | Si | Ni |
|----------|-------|-------|-------|--------|-------|--------|
| N=1 | 1.337 | 0.478 | 0.129 | 0.0085 | 0.060 | 0.011 |
| N=2 | 1.353 | 0.486 | 0.133 | 0.0089 | 0.061 | 0.010 |
| N=3 | 1.368 | 0.488 | 0.135 | 0.0090 | 0.062 | 0.010 |
| N=4 | 1.409 | 0.498 | 0.142 | 0.0097 | 0.064 | 0.011 |
| N=5 | 1.385 | 0.492 | 0.135 | 0.0092 | 0.063 | 0.011 |
| N=6 | 1.341 | 0.479 | 0.125 | 0.0087 | 0.060 | 0.010 |
| N=7 | 1.343 | 0.481 | 0.133 | 0.0089 | 0.061 | 0.010 |
| N=8 | 1.380 | 0.491 | 0.133 | 0.0095 | 0.063 | 0.010 |
| N=9 | 1.381 | 0.492 | 0.136 | 0.0094 | 0.063 | 0.011 |
| N=10 | 1.387 | 0.493 | 0.145 | 0.0092 | 0.063 | 0.011 |
| N=11 | 1.386 | 0.491 | 0.141 | 0.0095 | 0.063 | 0.011 |
| AVE | 1.370 | 0.488 | 0.135 | 0.0091 | 0.062 | 0.011 |
| R | 0.072 | 0.020 | 0.020 | 0.0012 | 0.004 | 0.001 |
| SD | 0.023 | 0.006 | 0.006 | 0.0004 | 0.001 | 0.0004 |
| RSD | 1.70 | 1.33 | 4.26 | 4.11 | 2.10 | 4.07 |
| RSD 上限 | 3 | 5 | 5 | 13 | 6.5 | 11 |
| 判定 (○/×) | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |

表 2 标样 E2627 分析准确度统计

| 元素 | Al | Zn | Mn | Cu | Si | Ni |
|----------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 标准值 (%) | 1.36 | 0.492 | 0.130 | 0.010 | 0.065 | 0.010 |
| 分析结果 (%) | 1.37 | 0.488 | 0.135 | 0.009 | 0.062 | 0.011 |
| 偏差值 (%) | 0.01 | 0.004 | 0.005 | 0.001 | 0.003 | 0.001 |
| 允许差 (±%) | 0.12 | 0.064 | 0.017 | 0.003 | 0.010 | 0.003 |
| 判定 (○/×) | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |

从表 1 和表 2 的统计结果可以看出, E2627 标样所测元素的短期精度和准确度都满足 GB/T13748.21-2009 的要求。

■ 结论

镁合金因质地较软, 常规分析条件很难得到理想的分析效果, 应对此类材料, 降低光源激发频率是一个简单有效的手段。岛津 PDA-7000 系列直读光谱仪, 通过软件可以在 40 Hz-500 Hz 间设定光源的激发频率, 方便应对多种材料。

本文使用岛津 PDA-7000 直读光谱仪, 在 150 Hz 激发频率下建立的镁合金分析方法, 工作曲线线性良好, 分析稳定性和准确度完全满足国标 GB/T 13748.21-2009 的要求。

岛津应用云

