

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 482—2005

铜及铜合金分析方法 光电发射光谱法

Methods for analysis of copper and copper alloys
—The atomic emission spectrometry

2005-05-18 发布

2005-12-01 实施

前 言

本标准为首次制定。

本标准采用光电发射光谱法测定铜及铜合金中 Pb、Fe、Bi、Sb、As、Sn、Ni、Zn、P、S、Mn、Si、Cr、Al、Ag、Zr、Mg、Te、Se、Co、Cd 常见分析元素，可分析 GB/T 5231—2001《加工铜及铜合金化学成分和产品形状》中 60 多个合金牌号的化学成分及 ISO、ASTM、JIS、BS 等标准中的数百个合金牌号化学成分的分析。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准由洛阳铜加工集团有限责任公司负责起草。

本标准由浙江海亮股份有限公司、云南铜业股份有限公司、沈阳有色金属加工厂参加起草。

本标准主要起草人：原怀保、胡晓春、耿亚文、刘光辉、梅恒星、张敬华、杨丽娟、孟惠娟、李红。

本标准主要验证人：陈志锦、王传飞、李雅民。

铜及铜合金分析方法

光电发射光谱法

1 范围

本标准规定了铜及铜合金中合金元素及杂质元素的分析方法。

本标准适用于光电发射光谱法分析铜及铜合金中合金元素及杂质元素。

各元素的测定范围见表 1。

表 1

元 素	测定范围/%	元 素	测定范围/%
Pb	0.000 5~5.00	Si	0.000 5~6.00
Fe	0.000 5~8.00	Cr	0.000 2~1.50
Bi	0.000 2~0.10	Al	0.000 5~15.00
Sb	0.000 4~0.50	Ag	0.000 5~0.20
As	0.000 5~0.20	Zr	0.000 5~1.00
Sn	0.000 5~15.00	Mg	0.001 0~0.50
Ni	0.000 5~30.00	Te	0.000 5~0.15
Zn	0.000 5~35.00	Se	0.000 5~0.10
P	0.000 5~0.50	Co	0.000 5~1.00
S	0.000 5~0.050	Cd	0.000 5~0.10
Mn	0.000 2~10.00		

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 8170 数字修约规则

3 方法原理

试样经光源激发后，所辐射的光经入射狭缝到分光系统色散成光谱，对选定的光谱线经光电转换系统及测量系统进行光电转换并测量谱线的强度，由计算机依据相应标准样品(标准物质)制作的工作曲线测出试样中各待测元素的质量分数。

4 仪器

光电直读光谱仪(仪器参考工作条件见附录 A)。

5 辅助设备、材料

5.1 设备：能够满足试样加工要求的车床或铣床。

5.2 激发间隙保护气体:纯氩(>99.995%)或按仪器说明书选用。

5.3 标准样品(标准物质):建立标准曲线用的标准样品(标准物质)应采用国家级或公认的权威机构研制的标准样品(标准物质)。原则上所选择的标准样品(标准物质)系列应与分析试样的化学组成及冶金过程基本一致,并能涵盖分析元素的测定范围,同时具有适当质量分数间隔(梯度)的4个以上的标准样品(标准物质)作为一个系列。

5.4 再校准样品:用来校准仪器工作状态的成分均匀、稳定的样品。

再校准样品可以从标准样品(标准物质)系列中选取,也可从满足基本要求的、均匀稳定的、再现性好的试样中选取。

5.5 控制样品:具有准确定值的与待测试样具有相似基体、相近组织结构的标准样品。

6 试样及制备

6.1 试样尺寸

带状试样:厚度不小于0.5 mm,有效面积不小于 $30 \times 30 \text{ mm}^2$;

棒状试样:直径不小于6 mm,长度适于试样台;

块状试样:厚度不小于5 mm,有效面积不小于 $30 \times 30 \text{ mm}^2$ 。

6.2 取样

分析用的试样应具有代表性、均匀、无气孔、无夹杂、无裂纹,试样表面应清洁无氧化、光洁平整。试样可以从熔体中取,也可以从铸锭或加工件上取。

从熔融状态取样时,用预热过的铸铁模或钢模浇铸成型。分析易挥发的元素时,应采用坩埚直接从熔体中取样;

从铸锭或加工件上取样时,应从具有代表性的部位取样;若有偏析现象时,可将试样重新熔融浇铸,但必须掌握熔铸条件,避免重熔损失和污染。

6.3 试样加工

棒状和块状试样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,制样中不可用切削液或普通冷却剂(可用无水乙醇冷却)。

7 环境

7.1 仪器应放置在没有电磁干扰、无震动、无腐蚀性气体的场所。温度、湿度的控制按仪器要求配置。一般温差在8 h之内应不超过 $\pm 2^\circ\text{C}$,湿度 $< 75\%$ 。

7.2 仪器室应具备稳定净化的单相220V电源,为确保分析数据不被意外破坏,应为计算机配备UPS电源。

8 分析步骤

8.1 开机按仪器说明书要求进行预热。

8.2 仪器工作状态控制及校准。

8.2.1 运用仪器提供的诊断功能,定时(每天或每班)对仪器状态进行诊断,如有异常及时予以处理,以保证其正常受控。

8.2.2 定期进行描述,以使各元素获得最佳精度值。

8.2.3 定期按校准规范对仪器进行校准,以使各性能指标达到最佳值。

8.3 根据试样的种类和合金牌号选择相应合适的标准样品(标准物质)。

8.4 根据试样的种类和合金牌号选择分析程序,依据试验或说明书推荐选择合适的激发条件和分析线对(常用内标线及分析线见表2)。

表 2 常用内标线及分析线

元 素	波长/nm	适用分析范围/%
背景	171.090, 231.450, 310.500, 319.600	内标线
Cu	296.117, 327.394	内标线
Pb	405.782	0.000 1~5.00
Fe	371.994	0.000 2~8.00
Bi	306.772	0.000 1~0.10
Sb	287.792, 206.833	0.000 1~0.50
As	189.042	0.000 1~0.20
Sn	175.790	0.000 2~2.00
	317.502	2.00~15.00
Ni	341.54	0.000 2~1.00
	380.71	1.00~35.00
Zn	334.502	0.000 2~40.00
P	178.287	0.000 1~0.50
S	180.731	0.000 2~0.10
Mn	403.449	0.000 2~10.00
Si	288.160	0.000 2~6.00
Cr	357.869	0.000 2~1.50
Al	305.993	0.000 5~1.00
	396.153	1.00~15.00
Ag	338.289	0.000 5~0.50
Zr	343.823	0.000 5~1.00
Mg	285.213	0.000 5~0.50
Te	185.720	0.000 1~0.10
Se	196.092	0.000 1~0.10
Co	345.351	0.000 2~1.00
Cd	228.802	0.000 1~0.10

8.5 工作曲线的建立和再校准样品原始强度的获得:根据待测试样的种类,选择建立工作曲线所需的标准物质(标准样品)、再校准样品连续激发测量。每个样品激发 3~5 次,取其平均值存储。用标准物质(标准样品)的平均强度与对应的质量分数建立工作曲线并存储。获得的再校准样品的测得强度即为再校准样品的原始强度(期望值)。

8.6 仪器再校准:根据待测试样种类,选择再校准样品,按仪器说明书再校准程序进行,每个再校准样品连续激发三次且重现性良好,取其平均值存储(获得值)。由获得值和期望值得再校准系数。此步骤可根据情况按一定的周期进行(如一周或一个月)。

8.7 控制样品分析:根据待测试样的种类,选择控制样品,按仪器说明书控制样分析程序进行,每个控制样品激发三次且重现性良好,取其平均值存储。获得的平均值与控制样品定值结果比较,满足一定的不确定度范围时,可继续下一步分析,否则需重复 7.6 操作或查明原因,直至控制样品分析程序通过为止。

8.8 试样分析：试样至少激发 2 次，数据稳定一致时取其平均值作为分析结果。分析结果以质量分数 (%) 表示，按 GB/T 8170 修约到产品标准规定的位数。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值应不超过表 3 所列重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%，重复性限(r)按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3

元素的质量分数/%	重复性限(r)/%
0.000 2	0.000 2
0.001 0	0.000 4
0.010	0.002
0.10	0.008
1.00	0.03
10.00	0.20
35.00	0.52

注：重复性(r)为 $2.8S_r$ ， S_r 为重复性标准差。

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值应不超过表 4 所列再现性限(R)，超过再现性限(R)的情况不超过 5%，再现性限(R)按表 4 数据采用线性内插法求得。

表 4

元素的质量分数/%	再现性限(R)/%
0.000 2	0.000 2
0.001 0	0.000 5
0.010	0.002
0.10	0.01
1.00	0.05
10.00	0.30
35.00	0.70

注：再现性(R)为 $2.8S_R$ ， S_R 为再现性标准差。

10 质量保证和控制

应选用国家级标准样品、行业级标准样品或精度相当的其他标准样品绘制工作曲线。选择适合的再校准样品和控制样品，按需要定期对仪器进行校验；每周或每两周校准一次本分析方法的有效性，适时进行仪器再校准和控制样品分析，当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核，确保分析的正确性。

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

Thermo—ARL4460 型光电直读光谱仪测定铜及铜合金中常见分析元素工作条件见表 A.1。

表 A.1 仪器工作条件

光栅焦距/mm	1 000
光栅/(gr/mm)	1 080,1 667,2 160
波长/nm	120~800
氩气冲洗时间/s	3
预燃时间/s	5
积分时间/s	5
氩气纯度不小于/%	99.995