



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.23—20XX

## 镁及镁合金化学分析方法 第23部分：元素含量的测定 波长色散X射线荧光光谱法

Methods for chemical analysis of magnesium and magnesium alloys—  
Part 23: Determination of elements content—  
Wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometric method

(送审稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本文件是按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》的第23部分。GB/T 13748已经发布了以下部分：

- 第1部分：铝含量的测定；
- 第2部分：锡含量的测定 邻苯二酚紫分光光度法；
- 第3部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第4部分：锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法；
- 第6部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：锆含量的测定；
- 第8部分：稀土含量的测定 重量法；
- 第9部分：铁含量测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第10部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第11部分：铍含量的测定 依莱铬氰蓝R分光光度法；
- 第12部分：铜含量的测定；
- 第13部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第14部分：镍含量的测定 丁二酮肟分光光度法；
- 第15部分：锌含量的测定；
- 第16部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第17部分：钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第18部分：氯含量的测定 氯化银浊度法；
- 第19部分：钛含量的测定 二安替比啉甲烷分光光度法；
- 第20部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第21部分：光电直读原子发射光谱分析方法测定元素含量；
- 第22部分：钍含量的测定。
- 第23部分：元素含量的测定 波长色散X射线荧光光谱法；
- 第24部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、西南铝业（集团）有限责任公司、中国空空导弹研究院、鹤壁市产品质量检验检测中心、有色金属技术经济研究院有限责任公司、国标（北京）检验认证有限公司、上海交通大学、昆明冶金研究院有限公司、郑州轻研合金科技有限公司、山西银光华盛镁业股份有限公司、包头铝业有限公司。

本文件主要起草人：XXXXXXX。

本文件202X年首次发布为GB/T 13748.23—202X《镁及镁合金化学分析方法 第23部分：元素含量的测定 波长色散X射线荧光光谱法》。

# 引 言

镁及镁合金是重要的金属材料。GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》系列标准是镁及镁合金化学分析方法基础标准，对镁及镁合金化学成分分析检测起着重要的作用。该系列标准在镁及镁合金产品研发、贸易结算、化学元素比对等多领域应用广泛，为我国镁及镁合金产品研发、生产、贸易等提供重要的支撑作用。

GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》系列标准包含了分光光度法、重量法、原子吸收光谱法、电感耦合等离子体原子发射光谱法、光电直读光谱法、X-射线荧光光谱法等多种分析方法。本文件对影响镁及镁合金产品性能的化学元素如铝、锡、锂、锰、锌、铅、镍、铜、铍、硅、铁、镧、铈、镨、钕、钆、钇等元素的检测进行了规范。

GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》系列标准优化整合后，拟发布以下部分：

- 第1部分：铝含量的测定；
- 第2部分：锡、铍、铜、镍、钛含量的测定 分光光度法；
- 第3部分：锂、银含量的测定 原子吸收光谱法；
- 第4部分：锰、铅含量的测定 分光光度法；
- 第8部分：稀土含量的测定；
- 第9部分：铁、硅含量的测定 分光光度法；
- 第13部分：铅、钙、钾、钠含量的测定 原子吸收光谱法；
- 第15部分：锌含量的测定；
- 第18部分：氯含量的测定 氯化银浊度法；
- 第20部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第21部分：元素含量的测定 光电直读原子发射光谱法；
- 第22部分：钍含量的测定；
- 第23部分：元素含量的测定 波长色散X射线荧光光谱法；
- 第24部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法。

GB/T 13748.23 给出了采用波长色散 X 射线荧光光谱法测定镁及镁合金中铝、锌、锰、硅、铁、铜、钛、铈、镍、铅、镉、钆、钇、铈、钕含量的方法。通过精密度与准确度试验验证了方法的可行性，给出了方法的精密度和不同系列牌号的 XRF 校准方案。新制定的标准能够满足当前镁及镁合金生产、贸易、分析检测的需求。

# 镁及镁合金化学分析方法

## 第 23 部分：元素含量的测定

### 波长色散 X 射线荧光光谱法

警告—使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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，并保证符合国家相关法规规定的条件。

#### 1 范围

本文件描述了镁及镁合金中铝、锌、锰、硅、铁、铜、钛、锶、镍、铅、锆、钽、钇、铈、钕的测定方法。

本文件适用于棒状或块状镁及镁合金中铝、锌、锰、硅、铁、铜、钛、锶、镍、铅、锆、钽、钇、铈、钕的测定，测定范围见表 1。

表 1 测定范围

元素	质量分数 %	元素	质量分数 %
Al	0.0050~12.00	Ni	0.0020~0.060
Zn	0.0020~8.50	Pb	0.0020~0.050
Mn	0.0020~2.00	Zr	0.10~1.00
Si	0.0050~2.00	Gd	0.10~11.00
Fe	0.0020~0.050	Y	0.10~4.50
Cu	0.0020~5.00	Ce	0.10~4.50
Ti	0.0020~0.010	Nd	0.10~3.50
Sr	0.0020~0.030		

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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断

GB/T 13748.10 镁及镁合金化学分析方法 第 10 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法

GB/T 13748.20 镁及镁合金化学分析方法 第 20 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

将样品加工制成适合 X 射线荧光光谱仪测量的尺寸，样品测量面经铣床或车床加工成光洁平面，测量样品中待测元素被高能 X 射线束激发的特征 X-射线荧光强度，根据校正曲线计算待测元素含量。校正曲线用系列标准样品或系列内控样品建立，应进行元素间干扰效应校正，用有证标准样品或内控样品验证。

## 5 仪器和设备

5.1 波长色散 X 射线荧光光谱仪，推荐使用铯靶 X 射线管。

5.2 试样加工设备：铣床或车床。

## 6 样品及材料

### 6.1 镁及镁合金系列标准样品或系列内控样品

镁及镁合金系列标准样品或系列内控样品用于建立校正曲线，其应涵盖分析元素的含量范围，并保持适当梯度，优先使用有证系列标准样品，有证标样不足时可以使用内控系列样品，系列内控样品应具有较好的均匀性和稳定性，可采用规范性引用文件中的相关化学分析方法进行测定，单次核查时双样之间的测定结果应满足相关化学方法的重复性限要求。

### 6.2 监控样品

监控样品用于 X 射线荧光光谱仪漂移校正，监控样品应是均匀稳定的镁及镁合金样品，含有所有校正元素，可以从标准样品中选取，也可以从均匀稳定的实际试样中选取。

### 6.3 样品及试样

从铸锭、铸件、加工产品上选取代表性部位作为样品，选取的样品应无夹渣、无裂痕、无气孔。

#### 6.3.1 试样尺寸

选取的样品需加工成适合 X 射线荧光光谱法测定的试样尺寸，即加工后的试样高度应不小于 5mm，但不能超过 X 射线荧光光谱仪样品杯的高度，试样的直径能放入 X 射线荧光光谱仪样品杯中并且能将样品杯的圆形激发孔完全覆盖，否则视为无效试样。

#### 6.3.2 试样测量面加工

试样每次测定前其测量面用铣床或车床加工成表面平整光洁、无夹渣、无裂痕、无气孔的平面，校正样品应与试样的加工方式保持一致，加工后的试样应在 2 h 内测定完毕。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定次数

选取两块试样，独立做两次测定。

### 7.2 校正曲线的制作

本文件推荐镁及镁合金校正曲线的分类制作和分类测定，分类示例可参考附录表 A。

#### 7.2.1 校正试样

从镁及镁合金系列标准样品或系列内控样品（6.1）中选取状态一致、元素类别和含量相近的样品作为校正试样。

### 7.2.2 测量条件

各元素的典型测量条件示例见附录表 B，也可以用仪器推荐的测量条件。

### 7.2.3 绘制校正曲线

测量校正试样（7.2.1）中分析元素的 X 射线荧光强度，绘制校正曲线，对有谱线重叠干扰的元素，须进行谱线重叠干扰校正，对有基体干扰的元素进行基体干扰校正，各个系列校正曲线的基体干扰校正示例参见附录表 A。

### 7.2.4 仪器漂移校正

在建立校正曲线同时，测量监控样品（6.2）中分析元素的 X 射线荧光强度，建立仪器漂移校正程序。漂移校正可采用单点校正或两点校正，漂移校正的时间间隔根据仪器的稳定性确定。

## 7.3 测量试样

启动校正程序，测量校正试样（7.2.1）以验证校正曲线的准确度，如果实验室内测量结果满足表 2 规定的重复性限或允许差要求时，直接测量试样，读取测定结果。如果校正试样（7.2.1）对照结果未能满足表 2 规定的重复性限或允许差要求，应重新对校正曲线进行漂移校正或重新制作校正曲线，直至校正样品测量结果满足表 2 规定的重复性限要求，然后测量镁及镁合金待测试样。

## 8 试验数据处理

两次测定结果取其平均值，待测元素质量分数为 0.0020 %~1.00 % 时，计算结果保留两位有效数字；待测元素质量分数大于等于 1.00 % 时，计算结果保留至小数点后两位；数值修约按 GB/T 8170 的有关规定执行。

## 9 精密度（版本一）

### 9.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ $r$ ），超过重复性限（ $r$ ）的情况不超过 5%。

表 2 重复性限（ $r$ ）

元素含量 %	$r$ %
>0.0020~0.010	0.0020（除硅和铝元素之外的元素）
	0.0035（硅和铝元素）
>0.010~0.050	0.0050（除硅和铝元素之外的元素）
	0.0070（硅和铝元素）
>0.050~0.10	0.0080
>0.10~0.50	0.05

>0.50~1.00	0.08
>1.00~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.30
>10.00	0.40

## 9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 允许差

元素含量 %	允许差 %
>0.0020~0.010	0.0035 (除硅和铝元素之外的元素)
	0.0050 (硅和铝元素)
>0.010~0.050	0.0070 (除硅和铝元素之外的元素)
	0.010 (硅和铝元素)
>0.050~0.10	0.015
>0.10~0.50	0.07
>0.50~1.00	0.10
>1.00~5.00	0.30
>5.00~10.00	0.50
>10.00	0.70

## 9 精密度 (版本二)

### 9.1 锌、锰、铁、镍、铜、铅、铈、钇、钆、钪元素的精密度

#### 9.1.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在表 3 给出的各元素平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限 ( $r$ )

元素	质量分数 %	重复性限 $r$	元素	质量分数 %	重复性限 $r$
Zn	0.0061	0.0005	Ni	0.0022	0.0004
	0.045	0.0021		0.0079	0.0007
	0.057	0.0036	Cu	0.0028	0.0005
	0.13	0.010		0.0080	0.0010
	0.67	0.029		2.86	0.15
	1.56	0.08	Zr	0.37	0.02
	2.96	0.15		0.46	0.04
	4.83	0.18		1.09	0.08

	5.40	0.20	Ce	0.34	0.03
	7.35	0.25		3.28	0.15
Mn	0.0098	0.0010	Y	0.85	0.04
	0.017	0.0018		1.00	0.06
	0.19	0.017		2.84	0.13
	0.32	0.025		3.17	0.16
	0.43	0.04	Nd	2.14	0.08
	0.91	0.07		2.60	0.11
	1.71	0.09	Gd	5.46	0.11
Fe	0.0029	0.0007		5.98	0.12
	0.0050	0.0009		9.01	0.25
	0.0067	0.0011			

### 9.1.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 4 给出的各元素平均值范围内，两个测试结果绝对差值不大于再现性限 ( $R$ )，超过再现性限 ( $R$ ) 的情况不超过 5%。再现性限  $R$  按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限 ( $R$ )

元素	质量分数 %	再现性限 $R$	元素	质量分数 %	再现性限 $R$
Zn	0.0061	0.0012	Ni	0.0022	0.0005
	0.045	0.0060		0.0079	0.0010
	0.057	0.0068	Cu	0.0028	0.0008
	0.13	0.012		0.0080	0.0013
	0.67	0.040		2.86	0.20
	1.56	0.12	Zr	0.37	0.04
	2.96	0.18		0.46	0.09
	4.83	0.20		1.09	0.15
	5.40	0.28	Ce	0.34	0.07
	7.35	0.40		3.28	0.20
Mn	0.0098	0.0014	Y	0.85	0.10
	0.017	0.0020		1.00	0.11
	0.19	0.020		2.84	0.18
	0.32	0.03		3.17	0.20
	0.43	0.05	Nd	2.14	0.20
	0.91	0.09		2.60	0.22
	1.71	0.16	Gd	5.46	0.25
Fe	0.0029	0.0010		5.98	0.30
	0.0050	0.0015		9.01	0.35
	0.0067	0.0018			



## 9.2 铝、硅、铅、锶、钛元素的精密度

实验室内和实验室间分析结果的差值不应大于表4所列允许差。

表4 允许差

元素	质量分数 %	实验室内允许差 %	实验室间允许差 %
Al	0.0084	0.0019	0.0039
	0.020	0.0025	0.0055
	2.50	0.17	0.21
	3.52	0.19	0.25
	5.68	0.22	0.35
	6.28	0.25	0.38
	9.21	0.30	0.50
Si	0.0065	0.0017	0.0025
	0.013	0.0020	0.0036
	0.016	0.0025	0.0040
	0.025	0.0030	0.0050
	0.036	0.0035	0.0060
	0.73	0.072	0.097
Pb	0.0052	0.0006	0.0008
Sr	0.016	0.0009	0.0014
Ti	0.0029	0.0007	0.0010

## 10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A  
(资料性)

校正曲线的分类制作和分类测定以及校正方式

根据镁及镁合金样品中主要元素或牌号分类制作校正曲线和分类测定，即每个类别或系列需要借助一套或多套系列标准样品（或经化学方法定值的系列内控样品）建立工作曲线，分类示例可参考附录表 A；各元素的校正曲线经影响系数校正法校正后重新计算，经过准确度验证后测定待测样品，分类测定中各类别或系列的共存元素之间的校正方式可参考附录表 A。

校正曲线的校正应根据曲线的相关准确度系数（也称为残差、剩余方差）、线性系数和 XRF 测定结果等综合判别，附录表 A 中的校正示例仅供参考。

表 A 分类测定和校正示例

类别	元素与牌号		推荐校正方式	可选校正方式	备注
	基体外主要元素	典型牌号			
纯镁系列	Si、Fe、Cu、Al、 Mn、Zn、Ni、Pb	纯镁 995、纯镁 998	无校正		
常规镁合金系列	Al、Zn、Mn、Si、 Fe、Cu、Ni	AZ91、AZ63、 AM60、AZ31、 AZ63、ZM21、 AS31	无校正	Al 可采用可变阿 尔法系数法进行 校正	此系列中锌通常 不高于 3%
镁锌锆系列	Zn、Zr、Mn	ZK60、ZK51、 ZK61	无校正		
镁铈系列	Zn、Ce、Mn	ZE20M、 ZM21N、ME20	推荐 Zn 采用 Ce 进行校正	Ce 可以不进行校 正	
镁铝铜系列	Zn、Mn、Al、Cu	ZC63A、ZA73	推荐 Zn 采用 Cu 进行校正	Cu 可选 Zn 进行校 正	
镁钪钇铈铉系列	Gd、Y、Zn、Zr、 Nd	VW64M、 VW75M、 VW76S、 VW10Z、 VW83M、 VW84M	推荐 Y 采用 Gd 进行校正，并 且 Gd 采用 Y 进行校正		

参考文献：

高新华, 宋武元, 邓赛文, 等. 实用 X 射线光谱分析 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2017: 223-231.

附录 B  
(资料性)  
测量条件

根据设备,在真空条件下,各元素测量条件见表 B。当元素计数强度大于 1000 kcps 时应进行测量条件调整,可采取的调整措施包括调整电压电流、增加滤光片、调整准直器等。

表 B 测量条件

元素	分析线 <sup>a</sup>	晶体 <sup>b</sup>	2θ (°) <sup>c</sup>
Al	Kα	PET	144.65
Zn	Kα或 Kβ	LiF200	41.78 或 37.51
Mn	Kα	LiF200	62.97
Si	Kα	PET	109.21
Fe	Kα	LiF200	57.50
Cu	Kα	LiF200	45.03
Ti	Kα	LiF200	86.14
Sr	Kα	LiF200	25.00
Ni	Kα	LiF200	48.65
Pb	Lα或 Lβ1	LiF200	33.95 或 28.26
Zr	Kα	LiF200	22.52
Gd	Lα	LiF200	61.10
Y <sup>d</sup>	Kα或 Kβ	LiF200	23.80 或 21.15
Ce	Lα	LiF200	79.01
Nd	Lα	LiF200	72.10

<sup>a</sup> 分析线仅供参考,不同设备会有差异。  
<sup>b</sup> 晶体选择仅供参考,应根据设备实际配置选择。  
<sup>c</sup> 2θ角度为谱线的参考理论角度,不同设备会有差异。  
<sup>d</sup> Y 元素选用 Kα谱线作为测定谱线时,应降使用低尺寸准直器或增加滤光片,以降低其荧光强度。