锆及锆合金化学分析方法

第9部分：镁含量的测定

火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法

编

制

说

明

（送审稿）

《锆及锆合金化学分析方法》编制组

2021年3月

锆及锆合金化学分析方法

第9部分：镁含量的测定

火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

# 一、 工作简况

## 1.1 任务来源

根据国标委《国家标准化管理委员会关于下达2019年推荐性国家标准计划（修订）的通知》【国标委发〔2020〕6号】，由西安汉唐分析检测有限公司负责起草《锆及锆合金化学分析方法 第9部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准。项目计划编号为20200741-T-610，完成年限为2021年，归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

## 1.2 主要参加单位和工作成员及其所作的工作

本文件主要起草单位和起草人，以及单位和工作成员分工见表1和表2。

表1 起草单位及所做工作

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 起草单位 | 所做工作 | |
| 西安汉唐分析检测有限公司 | 起草负责单位 | 调研现阶段检测需求和国内外检测方法现状，制定研究方案；完成试验样品的搜集和分发；完成分析方法研究工作；撰写标准文件、研究报告和编制说明；完成数据分析统计工作；广泛征求国内同行试验室及相关企业意见。 |
| 广东省工业分析检测中心 | 第一验证单位 | 对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行验证；提供试验样品的精密度数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出相应的修改建议。 |
| 金堆城钼业集团有限公司、东方钽业股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、赣州有色金属研究所、西部新锆核材料科技有限公司、紫金铜业有限公司、有研亿金新材料有限公司、大连海关技术中心、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司 | 第二验证单位 | 提供试验样品的精密度数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出相应的修改建议。 |

表2 起草人及所做工作

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 所做工作 |
| 起草单位人员 | 标准工作整体协调和推进；标准起草前期调研、样品搜集；试验方案的确定；标准文件、研究报告和编制说明编写。重复性验证试验；修改标准文件、研究报告和编制说明。 |
| 一验单位人员 | 对研究报告中各项参数条件、试验步骤以及试剂材料等进行全面验证；对试验样品进行测定；对标准文件、研究报告和编制说明提出修改建议。 |
| 二验单位人员 | 对试验样品进行测试，提供比对试验数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出修改建议。 |

## 1.3 主要工作过程

西安汉唐分析检测有限公司在接到标准制订任务后，成立了标准编制组，并召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

### 1.3.1 起草阶段

（1）2020年4月，接到《国家标准化管理委员会关于下达2019年推荐性国家标准计划（修订）的通知》文件通知。

（2）2020年7月，通过视频会议的方式，形成《锆及锆合金化学分析方法 第9部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准任务落实会会议纪要，确定了由广东省工业分析检测中心为第一验证单位，金堆城钼业集团有限公司、东方钽业股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、赣州有色金属研究所、西部新锆核材料科技有限公司、紫金铜业有限公司、有研亿金新材料有限公司、大连海关技术中心、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司为第二验证单位。

（3）2020年7月，组建《锆及锆合金化学分析方法 第9部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》起草小组：撰写开题报告，落实课题组长及课题成员的任务，确定标准编审原则。

（4）2020年9月，完成相应分析方法样品的收集和相关研究工作，形成讨论稿、研究报告、征求意见表等，交广东省工业分析检测中心、金堆城钼业集团有限公司、东方钽业股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、赣州有色金属研究所、西部新锆核材料科技有限公司、紫金铜业有限公司、有研亿金新材料有限公司、大连海关技术中心、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司，并连同验证样品一起分别寄往各验证单位。

（5）2020年10月，陆续收到各验证单位的研究报告及反馈意见，对参与验证单位的意见和建议进行汇总处理，对讨论稿进行修改，完善试验报告，撰写编制说明。

（6）2020年11月，参加全国稀有金属标准化技术委员会在徐州召开的标准讨论会；会上广东省工业分析检测中心、金堆城钼业集团有限公司、东方钽业股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、赣州有色金属研究所、西部新锆核材料科技有限公司、紫金铜业有限公司、有研亿金新材料有限公司、大连海关技术中心、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司本标准（讨论稿）提出了修改意见。

（7）徐州会议结束之后，标准编制组根据讨论结果，对讨论稿进行进一步的修改完善，形成了《锆及锆合金化学分析方法 第9部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》征求意见稿。

1.3.2 征求意见阶段

（1）编制组通过发函、中国有色金属标准质量信息网上公开和会议等形式对《锆及锆合金化学分析方法 第9部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》征求意见稿征询意见。

（2）2021年4月20日～4月22日，参加全国稀有金属标准化技术委员会在贵阳召开的标准预审会。会上新疆有色金属研究所、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司等单位的二十余位专家代表，对本标准征求意见稿、编制说明、试验报告进行了细致的讨论，并提出修改意见。

（3）征求意见阶段，共向17家单位发送了《锆及锆合金化学分析方法 第9部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》（征求意见稿），收到回函的单位数为17家，回函并有建议或意见的单位数为12家，详见征求意见稿意见汇总处理表。征求意见范围广泛且具代表性，编制组根据意见对征求意见稿进行修改完善，于2021年7月形成了《锆及锆合金化学分析方法 第9部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》（送审稿）。

# 二、 标准化文件编制原则

2.1 符合性：本文件按照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》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2—2004《测量方 法与结果的准确度》的要求进行了编写。

2.2 合理性：反映当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置。

2.3 先进性：本文件涉及的内容，技术水平不低于当前国内先进水平。

# 三、 标准主要内容的确定依据

火焰原子吸收光谱法是一直以来各个试验室测定锆及锆合金中镁含量采用的常规方法，其优点是测定准确，结果稳定。然而随着国家快速发展，国内试验室条件的提升，结合现阶段试验室采用的分析方法，经过和多个生产单位及试验室调研，确定增加电感耦合等离子体原子发射光谱法，该方法测定锆中镁含量具有准确、稳定、快速等优点。

## 3.1 修订主要变化

表3 原标准和新标准的比较

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 内容 | 原标准 | 新标准 | 备注（皆指新标准送审稿） |
| 1 | 文件名称 | 《锆及锆合金化学分析方法 第9部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》 | 《锆及锆合金化学分析方法第9部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》 | / |
| 2 | 引言 | 无 | 有 | 符合GB/T 1.1—2020的要求 |
| 3 | 仲裁分析方法 | 无 | 规定方法二为仲裁方法， | 详见第1章 范围 |

表3 原标准和新标准的比较（续）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 4 | 规范性引用文件 | 无 | 有 | 详见第2章 规范性引用文件 |
| 5 | 术语和定义 | 无 | 有 | 详见第3章 术语和定义 |
| 6 | 试验室用水要求 | “在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和试验室二级水” | “在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合GB/T 6682要求的试验室二级水” | 详见第4.2条和5.2条 |
| 7 | 样品要求 | 无 | 有 | 详见第4.4条和5.4条 |
| 8 | 平行试验 | 无 | 有 | 详见4.5.2条和5.5.2条 |
| 9 | 电感耦合等离子体原子发射光谱法 | 无 | 有 | 详见第5章 |

## 3.2 方法一 火焰原子吸收光谱法

### 3.2.1 酸度及其他试剂对镁测定的影响

试验在0.50 μg/mL Mg标准溶液体系中，讨论了不同硝酸、氢氟酸、饱和硼酸溶液、盐酸和氯化锶溶液对Mg吸光度值的影响规律，由数据可见，氢氟酸、硝酸和盐酸加入量对Mg测定的影响可忽略不计。氯化锶溶液作为释放剂，有效的提高了Mg的吸光度值，当其加入量为2.0 mL以上时吸光度趋于稳定。而饱和硼酸溶液对Mg的测定则具有一定的正干扰。本标准文件采用空白试验扣除的方法，有效避免了饱和硼酸溶液加入量对Mg测定的影响。

第一验证单位（广东省科学院工业分析检测中心）的验证实验证明采用上述0.50 μg/mL Mg标准溶液体系和空白试验扣除的方法均可对镁进行准确测定。

### 3.2.2 干扰试验

基体干扰试验：分别称取金属锆0.2 g 4份和0.5 g 4份，按标准文件方法溶解后，加入饱和硼酸溶液、盐酸、氯化锶溶液和不同量的Mg标准溶液（Mg离子浓度分别为0 μg/mL、0.20 μg/mL、0.40 μg/mL、0.60 μg/mL），定容后以水调零，于285.2 nm波长处测定吸光值，以判断锆基体的影响，结果表明锆基体使Mg的吸光值减弱，对测定产生了明显的负干扰。

共存元素干扰试验：根据GB/T 26314—2010，锆合金中的共存元素包括Fe、Sn、Nb、Ni、Cr、Hf等。试验在0.50 μg/mL Mg标准溶液体系中，加入10.0 mL Fe、Sn、Ni、Cr标准溶液（1.0 mg/mL）和0.25 mL、0.50 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.5 mL Hf、Nb标准溶液（10 mg/mL，由纯铪和纯铌经硝酸、氢氟酸溶解得到），以水调零，于285.2 nm波长处测定吸光值。试验结果表明，Fe、Sn、Ni、Cr对Mg的测定无干扰，而Hf、Nb对Mg的测定则存在一定的负干扰。综合基体和共存元素的干扰情况，试验采用标准加入法，有效避免了其对Mg元素测定的影响。

第一验证单位（广东省科学院工业分析检测中心）的验证试验证明锆基体对Mg元素的测定有一定负干扰，其他共存元素中部分元素则对Mg元素的测定有影响，采用标准加入法，能有效避免对Mg元素测定的影响。

### 3.2.3 工作曲线及仪器综合性能

#### 3.2.3.1 工作曲线

试验证实：在选定的工作条件，于285.2 nm波长下，对镁量在0 µg/mL～0.60 µg/mL的标准溶液吸光度进行测定，浓度范围内均符合朗伯比尔定律，工作曲线（4 mg/mL Zr）回归方程为：y=0.2316c+0.0223，线性相关系数0.9999；工作曲线（10 mg/mL Zr）回归方程为：y=0.2065c+0.0198，线性相关系数1.0000；将工作曲线按浓度平均分成五段，最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比分别为0.96、0.99。

第一验证单位（广东省科学院工业分析检测中心）在上述测试条件，在选定波长处镁的工作曲线线性相关性较好。

#### 3.2.3.2 工作曲线精密度

分别对锆浓度为4.0 mg/ mL、10.0 mg/ mL，镁浓度为0.20 µg/mL 和0.60 µg/mL标准溶液的吸光值进行10次测定。0.20 µg/mL标准溶液吸光值的标准偏差分别是最高浓度标准溶液吸光度平均值的0.32%、0.30%，0.60 µg/mL标准溶液吸光值的标准偏差分别是最高浓度标准溶液吸光度平均值的0.54%、0.53%。

第一验证单位（广东省科学院工业分析检测中心）在根据上述测试条件，通过试验验证得到工作曲线精密度较好。

#### 3.2.3.3 灵敏度/特征浓度

根据工作曲线，计算特征浓度分别为0.019 µg/mL、0.021 µg/mL。

第一验证单位（广东省科学院工业分析检测中心）根据工作曲线计算所得结果与上述结果几乎一致。

#### 3.2.3.4 仪器综合性能要求

根据以上数据，当采用火焰原子吸收法测定镁元素时，原子吸收光谱仪的工作指标至少应满足如下要求：

（1）特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，镁的特征浓度应不大于0.05 µg/mL；

（2）精密度最低要求：用最高浓度的标准溶液，测量10次吸光度，计算平均值和标准偏差。该标准偏差不应超过该吸光度平均值的1.0%。用最低浓度的标准溶液（不是浓度为零的标准溶液），测量10次吸光度，计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高浓度标准吸光度平均值的0.5%；

（3）工作曲线的线性：将工作曲线按浓度分成五段，最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比应不小于0.70。

### 3.2.4 检出限

以空白溶液11次测定浓度标准偏差的3倍所对应的浓度作为检出限为0.0072 μg/mL，10倍所对应的浓度作定量下限为0.024 μg/mL。

第一验证单位（广东省科学院工业分析检测中心）得到的检出限和定量下限同样可满足方法检测范围的要求。

### 3.2.5精密度

因缺少Mg含量较高的锆样品，试验采用金属锆作为基体合成样1、样2和样3，进行精密度试验。采用拟定方法对各个模拟样进行11次独立测定和计算，得到平均值及相对标准偏差，测定结果见表4。

注：样1：称取0.5 g金属锆四份，各加入0.5 mL镁标准溶液（10 µg/mL），加入3 mL氢氟酸（1+1），待试料溶解后，加入0.5 mL硝酸（1+1）至溶液清亮，加入25 mL硼酸饱和溶液、5 mL盐酸（1+1），2 mL氯化锶溶液（50 g/L）。将试液移入一组50 mL容量瓶中，分别加入0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL镁标准溶液（10 µg/mL），用水稀释至刻度，混匀。以水进行调零，火焰原子吸收光谱仪波长285.2 nm处测定镁的吸光值，并绘制工作曲线，用外推法求得溶液中镁的质量浓度。随同试料作空白试验，用外推法求的溶液中镁的质量浓度，并计算出镁含量。样2：称取0.5 g金属锆四份，各加入2.5 mL镁标准溶液（10 µg/mL），其他操作同合成样1。样3：称取0.2 g金属锆四份，各加入2.0 mL镁标准溶液（10 µg/mL），其他操作同合成样1。

表4 精密度试验（方法一）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定值  % | 平均值  % | SD  % | RSD  % |
| 1 | 0.0008、0.0012、0.0007、0.0009、0.0013、0.0010、0.0012、0.0010、0.0009、0.0012、0.0010 | 0.0010 | 0.00019 | 18.54 |
| 2 | 0.0046、0.0051、0.0049、0.0045、0.0049、0.0050、0.0048、0.0056、0.0049、0.0058、0.0049 | 0.0050 | 0.00039 | 7.74 |
| 3 | 0.0110、0.0095、0.0094、0.0097、0.0106、0.0099、0.0108、0.0090、0.0106、0.0092、0.0106 | 0.0100 | 0.00071 | 7.10 |

## 3.3 方法二 电感耦合等离子体原子发射光谱法

### 3.3.1 溶样方法

锆是一种熔点高，耐腐蚀性好的金属，易溶于氢氟酸。因此锆及锆合金通常采用氢氟酸在常温条件下溶解，但溶解后期溶液底部常出现黑色不溶物，是难溶的碳化物或氮化物，可以通过滴加硝酸使之完全溶解，保证溶液清亮。通过试验确定出3 mL氢氟酸+1 mL硝酸即能保证试样完全溶解。

第一验证单位（广东省科学院工业分析检测中心）的验证实验证明采用上述溶样方式，溶解过程平稳，溶解完全，溶解速度较快。

### 3.3.2 仪器参数

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定过程中的仪器参数主要包括：RF功率、雾化气流量、辅助气流量、等离子气流量、进液泵速、观测高度等。本实验采用的仪器参数见表5。各实验室可根据自身仪器状况进行选择。

表5 仪器测量参数

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| RF功率  W | 雾化气  L/min | 辅助气L/min | 等离子气  L/min | 进液泵速rpm | 观测高度mm | 读数时间  s | 稳定时间  s | 进样时间  s |
| 1150 | 0.65 | 1.50 | 15.0 | 15 | 9 | 6 | 30 | 30 |

### 3.3.3 谱线选择

按照试验方法，对Mg元素的谱图进行逐一试验和分析。按照信噪比高、灵敏度适中、受干扰程度小的原则筛选出了镁元素的推荐谱线为280.271 nm、279.553 nm。

第一验证单位（广东省科学院工业分析检测中心）的验证实验证明镁的谱线可推荐280.271 nm和279.553 nm。

### 3.3.4 干扰试验

由基体效应试验可看出，无锆基体检测结果中Mg含量明显比有锆基体的检测结果低，这说明锆基体对测定元素的谱线强度有一定影响。为了测定的准确性，在试验中选择锆基体进行匹配，以消除干扰。此外，溶解样品的条件和酸的用量也应尽量保持一致。

共存元素干扰试验锆合金中常见的存在元素有Fe、Sn、Nb、Ni、Cr、Hf等元素。根据拟定锆合金中各元素的干扰上限，依次向处理好的样品中加入Fe、Sn、Nb、Ni、Cr、Hf单元素标准溶液及所有干扰元素的混合溶液，进行共存元素干扰试验。试验结果表明，各共存元素对Mg元素的测定基本无干扰，可以不加考虑。

第一验证单位（广东省科学院工业分析检测中心）的验证试验证明锆基体对Mg元素的测定有干扰，需进行基体匹配，其他共存元素则对Mg元素的测定无影响。

### 3.3.5 工作曲线和线性分析

将工作曲线溶液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪，根据试验所选仪器的最佳测定条件，在选定的波长处，测定系列工作曲线溶液中Mg元素的发射强度，工作曲线线性相关系数r≥0.999，线性较好，可用于测定。

第一验证单位（广东省科学院工业分析检测中心）根据上述测试条件进行试验，证明选定波长处镁的工作曲线线性相关性较好。

### 3.3.6 元素检出限和定量下限

测定11次试剂空白溶液，计算标准偏差，以3倍的标准偏差为检出限，以10倍的标准偏差作为定量下限。检出限和定量下限分别为0.00025%和0.00083%，均小于本文件的测定范围下限。

第一验证单位（广东省科学院工业分析检测中心）得到的检出限和定量下限同样可满足方法检测范围的要求。

### 3.3.7 精密度试验

以金属锆为基体，分别加入一定量的纯镁标准溶液镁标溶液为合成样（样1、样2、样3），在仪器最佳条件下采用拟定的分析方法进行11次连续测定，计算平均值及相对标准偏差，结果见表6。各元素测定结果与模拟值偏差小，且相对标准偏差（RSD，*n*=11）均小于2%，说明该方法精密度较好。

表6 精密度试验（方法二）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 金属锆  g | 镁加入量  μg | 测得量  % | 平均值  % | SD  % | RSD  % |
| 1 | 0.5002 | 5 | 0.00098、0.00099、0.00097、0.00110、0.00121、0.00133、0.00096、0.00097、0.00098、0.00131、0.00112 | 0.00108 | 0.00014 | 13.08 |
| 2 | 0.5003 | 50 | 0.0122、0.0110、0.0099、0.0100、0.0098、0.0098、0.0097、0.0098、0.0120、0.0112、0.0115 | 0.0106 | 0.00097 | 9.13 |
| 3 | 0.5003 | 500 | 0.1011、0.1005、0.1000、0.0997、0.0998、0.0997、0.1003、0.1002、0.0999、0.1001、0.0999 | 0.1001 | 0.00041 | 0.41 |

## 3.4 主要试验（或验证）的分析、综述报告

在完成相关条件试验后，各参编单位按照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》中关于精密度的要求，对3个样品中镁元素的含量进行了平行测定。在汇总数据后，西安汉唐分析检测有限公司按照GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》，对11家参编单位的试验验证数据进行统计计算，结果见表7和表8。

表7 精密度与重复性计算结果（方法一）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平 | | | | | |
| 1 | | 2 | | 3 | |
| 单元平均值 | 标准偏差 | 单元平均值 | 标准偏差 | 单元平均值 | 标准偏差 |
| 1 | 0.00102 | 0.000189 | 0.00500 | 0.000387 | 0.01003 | 0.000711 |
| 2 | 0.00099 | 0.000181 | 0.00486 | 0.000320 | 0.01027 | 0.000582 |
| 3 | 0.00098 | 0.000178 | 0.00552 | 0.000490 | 0.01079 | 0.000863 |
| 4 | 0.00104 | 0.000157 | 0.00502 | 0.000223 | 0.00995 | 0.000342 |
| 5 | 0.00107 | 0.000205 | 0.00495 | 0.000356 | 0.00997 | 0.000569 |
| 6 | 0.00142 | 0.000117 | 0.00478 | 0.000183 | 0.01068 | 0.000240 |
| 7 | 0.00099 | 0.000197 | 0.00506 | 0.000304 | 0.00994 | 0.000437 |
| 8 | 0.00092 | 0.000125 | 0.00508 | 0.000240 | 0.01009 | 0.000568 |
| 9 | 0.00110 | 0.000154 | 0.00502 | 0.000474 | 0.01034 | 0.000891 |
| 10 | 0.00105 | 0.000163 | 0.00496 | 0.000246 | 0.01003 | 0.000390 |
| 总平均值 | 0.00106 | | 0.00503 | | 0.01021 | |
| 标准偏差 | 0.00014 | | 0.00020 | | 0.00031 | |
| T1 | 0.116319 | | 0.55277 | | 1.12305 | |
| T2 | 0.000124854 | | 0.002781554 | | 0.011475274 | |
| T3 | 110 | | 110 | | 110 | |
| T4 | 1210 | | 1210 | | 1210 | |
| T5 | 0.000003 | | 0.000011 | | 0.000035 | |
| Sr2 | 0.000000 | | 0.000000 | | 0.000000 | |
| SL2 | 0.000000 | | 0.000000 | | 0.000000 | |
| SR2 | 0.000000 | | 0.000000 | | 0.000000 | |
| Sr | 0.000169 | | 0.000337 | | 0.000596 | |
| SR | 0.000211 | | 0.000376 | | 0.000646 | |
| r | 0.000473 | | 0.000944 | | 0.001668 | |
| R | 0.000592 | | 0.001054 | | 0.001810 | |

表8 精密度与重复性计算结果（方法二）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平 | | | | | |
| 1 | | 2 | | 3 | |
| 单元平均值 | 标准偏差 | 单元平均值 | 标准偏差 | 单元平均值 | 标准偏差 |
| 1 | 0.00108 | 0.000142 | 0.01063 | 0.000971 | 0.10011 | 0.000413 |
| 2 | 0.00107 | 0.000124 | 0.01016 | 0.000755 | 0.09936 | 0.003295 |
| 3 | 0.00112 | 0.000116 | 0.00985 | 0.000798 | 0.09867 | 0.002090 |
| 4 | 0.00109 | 0.000089 | 0.01041 | 0.000701 | 0.10013 | 0.000550 |
| 5 | 0.01012 | 0.030161 | 0.01034 | 0.000364 | 0.10106 | 0.001063 |
| 6 | 0.00106 | 0.000023 | 0.01018 | 0.000275 | 0.09946 | 0.000898 |
| 7 | 0.00098 | 0.000046 | 0.00995 | 0.000362 | 0.10037 | 0.000680 |
| 8 | 0.00102 | 0.000079 | 0.01075 | 0.000772 | 0.10017 | 0.000380 |
| 9 | 0.00104 | 0.000049 | 0.01034 | 0.000246 | 0.10075 | 0.000543 |
| 10 | 0.00105 | 0.000127 | 0.01020 | 0.000361 | 0.10244 | 0.003600 |
| 11 | 0.00108 | 0.000096 | 0.01046 | 0.000592 | 0.10015 | 0.000516 |
| 总平均值 | 0.00188 | | 0.01030 | | 0.10024 | |
| 标准偏差 | 0.00273 | | 0.00027 | | 0.00098 | |
| T1 | 0.227933 | | 1.24595 | | 12.1295 | |
| T2 | 0.001250698 | | 0.012837629 | | 1.216013397 | |
| T3 | 121 | | 121 | | 121 | |
| T4 | 1331 | | 1331 | | 1331 | |
| T5 | 0.009098 | | 0.000041 | | 0.000318 | |
| Sr2 | 0.000083 | | 0.000000 | | 0.000003 | |
| SL2 | 0 | | 0.000000 | | 0.000001 | |
| SR2 | 0.000083 | | 0.000000 | | 0.000004 | |
| Sr | 0.009094 | | 0.000612 | | 0.001699 | |
| SR | 0.009094 | | 0.000642 | | 0.001895 | |
| r | 0.025464 | | 0.001713 | | 0.004758 | |
| R | 0.025464 | | 0.001798 | | 0.005306 | |

# 四、 标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

# 五、 预期达到的社会效益等情况

## 5.1 标准的必要性

锆是一种熔点较高的稀有金属，锆合金是以锆为基体加入其他元素而构成的有色合金。锆及锆合金由于具有优异的耐蚀性能、适中的力学性能、较低的原子热中子吸收截面等优点，广泛应用于核电、航空航天、化工、轻工、电力、制药、纺织、机械、石油化工等领域，我国作为锆的生产、消费大国，对锆行业的发展起着举足轻重的作用。

近年来由于我国化工行业及核电行业的蓬勃发展，促进了锆加工产业的快速发展，原本实施了20多年的锆合金化学检测方法（GB/T 13747—1992）已无法满足锆产业的发展需求。锆及锆合金中镁量测试GB/T 13747.9—1992亦是如此，原标准文件中采用的火焰原子吸收光谱法由于具有操作简便、成本低等优点。而电感耦合等离子体原子发射光度法具有分析速度快、测定范围宽、灵敏度高、能够实现多元素同时分析测定等特点，应用范围日趋广泛。

## 5.2 标准的预期作用

标准充分考虑了我国锆及锆合金生产企业和使用加工企业的生产工艺技术水平。根据实际需求进行了大量相关试验，最终形成了本标准。本标准操作简便、快速，分析结果准确、可靠，代表了我国在锆合金检测领域的最高水平。本标准颁布执行后，有利于生产采用统一的分析方法开展产品质量检验工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

# 六、 采用国际标准和国外先进标准的情况

## 6.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经查，国外无相同类型的国际标准。

## 6.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经查，国外无相同类型的国际标准。

## 6.3 与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无。

## 6.4 标准水平分析

本标准的建立提升了检测效率，有利于生产单位生产效率的提高，标准总体达到了国内先进水平。

七、 与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

本文件与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

# 八、 重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

# 九、 标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议该标准为行业标准，供相关组织参考采用。

# 十、 贯彻标准的要求和措施建议

本文件规范了锆及锆合金中镁元素的测定，有利用整个行业分析水平的提升。本文件发布执行后，建议标准主管单位积极向生产厂家及国内外用户推广。

# 十一、 废止现行有关标准的建议

新标准实施后，建议代替GB/T 13747.9—1992。

# 十二、 其他应予说明的事项

起草单位变更说明：西安汉唐分析检测有限公司是由西北有色金属研究院和西部金属材料股份有限公司两家企业的分析检测部门联合成立，成立日期为2018年8月20日。我公司成立后，原有两家单位不保留检测业务和人员设备。本文件的制定人员均已划拨到西安汉唐分析检测有限公司。为更好的完成文件起草工作，便于文件的后续推广以及其他使用单位咨询标准相关内容，特将本文件制定工作单位由西部金属材料股份有限公司更改为西安汉唐分析检测有限公司。

《锆及锆合金化学分析方法》编制组

2021年7月