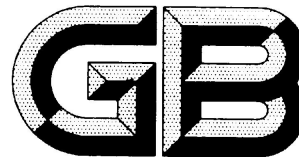


ICS 77.120.99

CCS H 12



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.24-202X

## 高纯镁化学分析方法 第24部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法

Method for chemical analysis of high purity magnesium —  
Part 24: Determination of trace impurity elements content—  
Glow discharge mass spectrometry

(预审稿)

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24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5部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 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：钪含量的测定。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：国合通用测试评价认证股份公司、国标（北京）检验认证有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、昆明冶金研究院、金川集团股份有限公司、河南宇航金属材料有限公司、广东先导稀材股份有限公司。

本文件主要起草人：王长华、胡芳菲、李继东、谷柳、李志刚、刘英波、。





## 引 言

镁及镁合金是一种重要的金属材料。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。为了更好的满足行业对镁及镁合金研发、生产和检测的需求，有必要制订更为完善的系列分析方法标准，在行业内形成统一的测试评价体系，增加检测结果的可靠性和可比性。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、标准物质研制等多领域应用广泛，为我国镁及镁合金产品研发、生产、贸易等提供重要的数据支撑作用。

GB/T13748《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、辉光质谱法等多种分析手段。由以下部分构成。

- 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5部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 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。

本文件在充分调研了国内外镁及镁合金、高纯镁等相关产品标准及行业内分析检测需求的基础上，结合目前其产品的生产、研发、应用和贸易的实际需求而制定。对助力我国高纯镁产业的生产、贸易需求，能够起到十分重要的作用。







# 高纯镁化学分析方法 痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法

**警示**—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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,并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件规定了高纯镁中痕量杂质元素含量的测定方法。

本文件适用于高纯镁中痕量杂质元素含量的测定。测定范围:氟、硫、氯、溴为 0.05mg/kg~50.0mg/kg,其他元素为 0.01 mg/kg~50.0mg/kg。测定元素见表 1。

## 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

## 3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

## 4 原理

样品作为阴极进行辉光放电,在惰性气体(氩气)条件下,其表面原子被溅射而脱离样品进入辉光放电等离子体中,在等离子体中离子化后被导入质谱仪。在各元素同位素质量数处以预设的扫描点数和积分时间对相应谱峰积分,所得面积即为谱峰强度,并通过计算得到各杂质元素的含量。

## 5 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水, GB/T 6682, 一级。

5.2 无水乙醇( $\rho=0.789\text{g/mL}$ )。

5.3 硝酸(1+9)。

5.4 背景监控样品:利用纯度不低于 99.99%的铍样品或内部质控样品作为背景空白样品,

GB/T 13748.24-202X

检测仪器的背景空白。

5.5 高纯镁标准物质/样品。

5.6 氮气（体积分数不小于 99.99%）。

5.7 氩气（体积分数不小于 99.99%）。

## 6 仪器设备

6.1 辉光放电质谱仪，中分辨模式下质量分辨率大于 3500，高分辨模式下分辨率大于 9000。

6.2 推荐的测定同位素和分辨率见表1。测定时要求同位素<sup>27</sup>Mg的谱峰强度不小于  $1 \times 10^9$  cps，峰形符合分辨率要求。

表 1 测定同位素和分辨率

元 素	同位素 质量数	分辨率	元 素	同位素 质量数	分辨率	元 素	同位素 质量数	分辨率
Li	7	中分辨	Se	77	高分辨	Eu	153	中分辨
Be	9	中分辨	Br	79	高分辨	Gd	157	中分辨
B	11	中分辨	Rb	85	中分辨	Tb	159	中分辨
F	19	中分辨	Sr	88	中分辨	Dy	163	中分辨
Na	23	中分辨	Y	89	中分辨	Ho	165	中分辨
Al	27	中分辨	Zr	90	中分辨	Er	166	中分辨
Si	28	中分辨	Nb	93	中分辨	Tm	169	中分辨
P	31	中分辨	Mo	95	中分辨	Yb	172	中分辨
S	32	中分辨	Ru	101	中分辨	Lu	175	中分辨
Cl	35	中分辨	Rh	103	中分辨	Hf	178	中分辨
K	39	高分辨	Pd	105	中分辨	Ta	181	中分辨
Ca	44	中分辨	Ag	107	中分辨	W	182	中分辨
Sc	45	中分辨	Cd	111	中分辨	Re	185	中分辨
Ti	48	中分辨	In	115	中分辨	Os	189	中分辨
V	51	中分辨	Sn	118	中分辨	Ir	193	中分辨
Cr	52	中分辨	Sb	121	中分辨	Pt	195	中分辨
Mn	55	中分辨	I	127	中分辨	Au	197	中分辨
Fe	56	中分辨	Te	128	中分辨	Hg	202	中分辨
Co	59	中分辨	Cs	133	中分辨	Tl	205	中分辨
Ni	60	中分辨	Ba	138	中分辨	Pb	208	中分辨
Cu	63	中分辨	La	139	中分辨	Bi	209	中分辨
Zn	66	中分辨	Ce	140	中分辨	Th	232	中分辨
Ga	69	中分辨	Pr	141	中分辨	U	238	中分辨
Ge	72	高分辨	Nd	146	中分辨	-	-	-
As	75	中分辨	Sm	147	中分辨	-	-	-

## 7 样品

样品应制备成所需要的几何形状,分析面应平坦光滑,尺寸应能放入辉光放电离子源内。

## 8 试验步骤

### 8.1 样品预处理

样品经过机械切割加工成合适尺寸的块状样品后,用无水乙醇(5.2)清洗样品表面油污,后用水(5.1)清洗,用硝酸(5.3)腐蚀清洗,用水(5.1)反复冲洗后,分析前用氮气(5.6)吹干待测。

### 8.2 仪器准备工作

优化辉光放电条件,调节仪器参数,得到分析时所需的质量分辨率(中分辨率达到 3500,高分辨率达到 9000)、合适的信号强度和合适的基体质量扫描峰形状。测定背景监控样品(5.5),观察被测元素的背景情况。

### 8.3 相对灵敏度因子的测定

#### 8.3.1 半定量分析

半定量分析时,仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”可用作被测元素的相对灵敏度因子。

#### 8.3.2 定量分析

在相同测试条件下对镁标准物质/样品(5.5)进行独立测定,获得相应的相对灵敏度因子,按公式(1)得出被测元素相对灵敏度因子( $RSF_{X/Mg}$ )。

$$RSF_{X/Mg} = \frac{w_X \cdot A_{X_i} \cdot I_{Mg_j}}{w_{Mg} \cdot A_{Mg_j} \cdot I_{X_i}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$RSF_{X/Mg}$  —— 在特定辉光放电条件下测定 Mg 中元素 X 的相对灵敏度因子;

$w_X$  —— 元素 X 的质量分数,单位为微克每千克 (mg/kg);

$A_{X_i}$  —— 元素 X 的 i 同位素丰度;

$I_{Mg_j}$  —— 元素 Mg 的 j 同位素谱峰强度;

$w_{Mg}$  —— 基体元素 Mg 的质量分数定义为  $1.00 \times 10^9$ , 单位为微克每千克 (mg/kg);

$A_{Mg_j}$  —— 基体元素 Mg 的 j 同位素丰度;

$I_{X_i}$  —— 元素 X 的 i 同位素谱峰强度。

### 8.4 测定

8.4.1 将制备好的试样装入辉光放电质谱仪离子源中,开启辉光放电。

8.4.2 在正式采集数据前选择适当的电流进行预溅射,以清除样品表面的污染。

8.4.3 将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需的条件，在氩气（5.7）气氛条件下，进行测量。待信号稳定后，同一溅射点连续采集的三个测量数据，精密度满足表2的要求时，取其平均值作为测量结果。

## 9 试验数据处理

被测元素含量以 mg/kg 表示，分析结果由计算机直接给出。保留位三有效数字，数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

## 10 精密度

### 10.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象进行测试，获得的两次独立测试结果的相对偏差不超过表2所列的重复性条件下的相对偏差。

表2 重复性条件下的允许相对偏差

分析含量范围 mg/kg	相对允许偏差 %
0.01~0.050	200
>0.050~1.0	100
>1.0 ~50.0	50

### 10.2 再现性

在不同的实验室，由不同的操作者或使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对偏差不超过表3所列的再现性条件下的相对偏差。

表3 再现性条件下的允许相对偏差

分析含量范围 mg/kg	相对允许偏差 %
0.01~0.050	200
>0.050~1.0	150
>1.0 ~50.0	100

## 11 试验报告

- 试验报告至少应给出以下几个方面的内容：
- 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。



