

团 体 标 准

T/CNIA 00XX—202X

镁及镁合金化学分析方法 铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、 砷、镉、锡、汞、铅含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Chemical analysis method of magnesium and magnesium alloys

-- Determination of beryllium, aluminum, calcium, titanium, chromium,
manganese, iron, nickel, copper, zinc, arsenic, cadmium, stannum, mercury,
lead content

-- Inductively coupled plasma mass spectrometry method

Glow discharge mass spectrometry method

(送审稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中国有色金属工业协会
中国有色金属学会

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。

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、国合通用（青岛）测试评价有限公司、昆明冶金研究院有限公司、中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、岛津企业管理（中国）有限公司、河南宇航金属材料有限公司。

本文件主要起草人：胡芳菲、王长华、谷柳、刘鹏宇、王祥德、张莹莹、孙志远、宴唯真、陈昕、李琦……。

本文件为首次制订。

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。

本文件对影响镁及镁合金产品性能的化学元素如铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅等元素的检测进行了规范，能够满足当前镁及镁合金生产、贸易、分析检测的需求。本文件是对 GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》的有益补充。

镁及镁合金化学分析方法

铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件规定了镁及镁合金中铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测定方法。

本文件适用于镁及镁合金中铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅含量的测定。测定范围见表1。

表1 各元素测定范围

元素	测定范围 w/%	元素	测定范围 w/%	元素	测定范围 w/%
Be	0.0001~0.005	Mn	0.0001~0.005	As	0.0001~0.005
Al	0.0001~0.005	Fe	0.0001~0.005	Cd	0.0001~0.005
Ca	0.0005~0.005	Ni	0.0001~0.005	Sn	0.0001~0.005
Ti	0.0001~0.005	Cu	0.0001~0.005	Hg	0.0005~0.005
Cr	0.0001~0.005	Zn	0.0001~0.005	Pb	0.0001~0.005

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将必不可少的条款。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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法概述

试料以硝酸和盐酸溶解，以Cs和Tl为内标，ICP-MS直接测定镁及镁合金中铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅的含量。

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或更高纯度的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5.1 硝酸 ($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

5.2 盐酸 ($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

5.3 硝酸 (1+1)。

5.4 盐酸 (1+1)。

5.5 标准溶液及内标溶液

5.5.1 铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅、钪、铯、铊标准贮存溶液：均采用市售有证的标准溶液，浓度均为 $1000 \mu\text{g/mL}$ 。

5.5.2 混合标准溶液 1：分别移取铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅各 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 硝酸 (5.1) 和 1 mL 盐酸 (5.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅各 $10 \mu\text{g}$ 。

5.5.3 混合标准溶液 2：移取混合标准溶液 1 (5.5.2) 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 3 mL 硝酸 (5.1) 和 1 mL 盐酸 (5.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅各 100 ng 。

5.5.4 混合内标溶液 1：分别移取铯、铊标准贮存溶液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸 (5.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铯、铊各 $10 \mu\text{g}$ 。

5.5.5 混合内标溶液 2：移取混合内标溶液 1 (5.5.4) 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 3 mL 硝酸 (5.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铯、铊各 100 ng 。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪：质量分辨率优于 $0.8 \pm 0.1 \text{ u}$ (10%峰高处)；配备碰撞反应池系统。

6.2 各元素测定同位素见表 2，其中 Ca、Fe、As 在碰撞反应池模式下测定。

表 2 各元素测定同位素

元素	质量数	元素	质量数	元素	质量数
Be	9	Mn	55	As	75
Al	27	Fe	56	Cd	111
Ca	40, 44	Ni	60	Sn	118
Ti	47	Cu	63	Hg	202
Cr	52	Zn	68	Pb	208
Cs(内标)	133	Tl(内标)	205		

7 试样

试样加工成厚度不大于 1 mm 的屑状。

8 分析步骤

8.1 样品

称取 0.10 g 试样，精确至 0.0001 g 。

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同样品做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将样品（8.1）置于 50 mL 烧杯中，吹水润湿，加入 3 mL 硝酸（5.3）和 1 mL 盐酸（5.4），低温加热至样品溶解完全，取下冷却，移入 100 mL 容量瓶中，加入 5mL 混合内标溶液（5.5.5），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 在选定的仪器工作条件下，按表 1 推荐的元素同位素质量数，依次测定系列标准溶液、空白溶液（8.3）及样品溶液（8.4）。仪器根据工作曲线，自动计算出各被测元素的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、1.00 mL、5.00mL、10.00 mL、20.00 mL、50.00 mL 混合标准溶液 2（5.5.3）于一组 100 mL 容量瓶中，加入 5.00 mL 混合内标溶液（5.5.5），加入 3 mL 硝酸（5.3）和 1 mL 盐酸（5.4），用水稀释至刻度，混匀。此系列标准溶液 1 mL 分别含铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅 0 ng、1 ng、5ng、10 ng、20 ng 和 50 ng。

9 数据处理

各元素的含量以质量分数 w_x 计，按式（1）计算：

$$w_x = \frac{(r_x - r_0) \times 10^{-9}}{m}, 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

ρ_x ——样品溶液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

ρ_0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V ——溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

按照 GB/T 8170 的规则进行数值修约；当含量<0.0010%时，结果保留 1 位有效数字；其余保留两位有效数字。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次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%，重复性限（ r ）按表 3 数据采用线性内插法求得：

表 3 重复性限

元素	w/ %	r / %	元素	w/ %	r / %
Be	00020	0.0002	Ni	0.0002	0.00003
Al	0.0003	0.00007		0.0020	0.0001
	0.0038	0.0004	Cu	0.0005	0.00005
Ca	0.0007	0.0003		0.0020	0.0001
	0.0014	0.0022	Zn	0.0012	0.0002
	0.0053	0.0013		0.0048	0.0003

元素	w/ %	r / %	元素	w/ %	r / %
Ti	0.0021	0.0001	As	0.0020	0.0001
Cr	0.0002	0.00005	Cd	0.0020	0.0002
	0.0020	0.0001	Sn	0.0020	0.0001
Mn	0.0007	0.00007	Hg	0.0020	0.0002
	0.0048	0.0002	Pb	0.0001	0.00005
Fe	0.0011	0.0002		0.0015	0.00009
	0.0033	0.0001		0.0025	0.0001

10.2 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再现性限（R），超过再现性（R）的情况不超过 5%，再现性（R）按表 4 数据采用线性内插法求得：

表 4 再现性限

元素	w/ %	R / %	元素	w/ %	R / %
Be	00020	0.0003	Ni	0.0002	0.0001
Al	0.0003	0.00009		0.0020	0.0004
	0.0038	0.0007	Cu	0.0005	0.0002
Ca	0.0007	0.0004		0.0020	0.0005
	0.0014	0.0021	Zn	0.0012	0.0004
	0.0053	0.0013		0.0048	0.0004
Ti	0.0021	0.0002	As	0.0020	0.0003
Cr	0.0002	0.0001	Cd	0.0020	0.0004
	0.0020	0.0003	Sn	0.0020	0.0003
Mn	0.0007	0.0001	Hg	0.0020	0.0003
	0.0048	0.0002	Pb	0.0001	0.0001
Fe	0.0011	0.0003		0.0015	0.0002
	0.0033	0.0002		0.0025	0.0002

11 试验报告

试验报告至少应包含以下内容：

- a) 试样名称；
- b) 本标准编号；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 与基本分析步骤的差异；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 试验日期。