

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, tin, mercury,
lead content

-- Inductively coupled plasma mass spectrometry

(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、中铝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、辽宁中科力勒检测技术服务有限公司、西安交通大学。

本文件主要起草人：胡芳菲、王长华、谷柳、陈雄飞、刘鹏宇、杨复光、刘丽媛、刘红、王祥德、张莹莹、周明俊、孙志远、晏唯真、陈昕、陈浩楠、张瑜、李琦、单智伟、卢思颖、梁艳。

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。

本文件采用 ICP-MS 法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 原理

试料以硝酸和盐酸溶解，在选定的最佳操作条件下，以 Cs 和 Tl 为内标，电感耦合等离子体质谱仪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。其中，钙、铁、砷在碰撞反应池模式下测定，其他元素在标准模式下测定。

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 规定的一级水。

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、钷、铯和铊标准贮存溶液: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:分别移取铍、铝、钙、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、镉、锡、汞、铅、汞标准贮存液各 1.00 mL 于 1000 mL 容量瓶中,加入 40 mL 硝酸 (5.1) 和 10 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 $1 \mu\text{g}$ 。

5.5.3 混合内标溶液:分别移取铯、铊标准贮存溶液 1.00 mL 于 1000 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸 (5.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铯、铊各 $1 \mu\text{g}$ 。

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 各元素推荐的测定同位素及内标选择见表 2,其中 Ca、Fe、As 推荐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	内标元素	元素	质量数	内标元素	元素	质量数	内标元素
Be	9	Cs	Mn	55	Cs	As	75	Cs
Al	27	Cs	Fe	56	Cs	Cd	111	Cs
Ca	40, 44	Cs	Ni	60	Cs	Sn	118	Cs
Ti	47	Cs	Cu	63	Cs	Hg	202	Tl
Cr	52	Cs	Zn	68	Cs	Pb	208	Tl
Cs	133	/	Tl	205	/	/	/	/

7 样品

样品加工成厚度不大于 1 mm 的屑状。

8 分析步骤

8.1 试料

称取 0.10 g 样品 (7),精确至 0.0001 g 。

8.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料 (8.1) 做空白试验。

8.4 分析试液的制备

将试料（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 0.50 mL 混合内标溶液（5.5.3），用水稀释至刻度，混匀。

8.5 标准系列溶液的制备

分别移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 混合标准溶液（5.5.2）于一组 100 mL 容量瓶中，加入 0.50 mL 混合内标溶液（5.5.3），加入 3 mL 硝酸（5.3）和 1 mL 盐酸（5.4），用水稀释至刻度，混匀。

8.6 测定

8.6.1 于电感耦合等离子体质谱仪上，仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，按表1推荐的同位素质量数，测定标准系列溶液（8.5）。以待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素与内标元素信号强度的比值为纵坐标，绘制标准工作曲线。各元素工作曲线相关系数应大于0.999。

8.6.2 依次测定空白试液（8.3）及分析试液（8.4）。仪器根据标准工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出空白试液及分析试液中各杂质元素的质量浓度。

9 数据处理

各元素的含量以质量分数 w_x 计，用百分号（%）表示，按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_x ——分析试液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

ρ_0 ——空白试液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V ——试液的总体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量，单位为克（g）。

当质量分数小于 0.0010% 时，计算结果表示到小数点后 4 位；其余表示到小数点后 3 位。数值修约按照 GB/T 8170 规定进行。

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	0.0006	0.00005	Cu	0.0005	0.00005
	0.0020	0.0002		0.0020	0.0001
	0.0040	0.0003		0.0040	0.0003

Al	0.0003	0.00007	Zn	0.0012	0.0001
	0.0023	0.0002		0.0032	0.0002
	0.0038	0.0004		0.0048	0.0003
Ca	0.0007	0.0003	As	0.0020	0.0001
	0.0014	0.0005		0.0030	0.0002
	0.0050	0.0010	Cd	0.0020	0.0002
Ti	0.0021	0.0001		0.0040	0.0003
	0.0040	0.0003	Sn	0.0003	0.00004
Cr	0.0002	0.00005		0.0020	0.0001
	0.0020	0.0001		0.0040	0.0003
	0.0040	0.0003	Hg	0.0020	0.0002
Mn	0.0007	0.00007		0.0040	0.0004
	0.0027	0.0001	Pb	0.0001	0.00005
	0.0048	0.0002		0.0015	0.00009
Fe	0.0011	0.0002		0.0025	0.0001
	0.0033	0.0001	/		
Ni	0.0002	0.00003			
	0.0020	0.0001			
	0.0040	0.0003			

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	0.0006	0.0001	Cu	0.0005	0.0002
	0.0020	0.0003		0.0020	0.0005
	0.0040	0.0004		0.0040	0.0006
Al	0.0003	0.00009	Zn	0.0012	0.0002
	0.0023	0.0004		0.0032	0.0004
	0.0038	0.0007		0.0048	0.0005
Ca	0.0007	0.0004	As	0.0020	0.0003
	0.0014	0.0010		0.0030	0.0005
	0.0050	0.0015	Cd	0.0020	0.0004
Ti	0.0021	0.0002		0.0040	0.0005
	0.0040	0.0005	Sn	0.0003	0.0001
Cr	0.0002	0.0001		0.0020	0.0003
	0.0020	0.0003		0.0040	0.0005
	0.0040	0.0005	Hg	0.0020	0.0003
Mn	0.0007	0.0001		0.0040	0.0005

	0.0027	0.0002	Pb	0.0001	0.0001
	0.0048	0.0003		0.0015	0.0002
Fe	0.0011	0.0002		0.0025	0.0002
	0.0033	0.0003	/		
Ni	0.0002	0.0001			
	0.0020	0.0004			
	0.0040	0.0005			

11 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- a) 样品名称；
- b) 本文件编号；
- 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。