



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.3-202X
代替 GB/T 13748.3-2005、GB/T 13748.6-2005

镁及镁合金化学分析方法 第3部分：锂、银含量的测定— 原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of magnesium and magnesium alloys——

Part3: Determination of lithium, silver content——

Atomic absorption spectrometry

(送审稿)

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3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 依来铬氰蓝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；
- 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。

本文件代替 GB/T 13748.3-2005《镁及镁合金化学分析方法 锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法》和 GB/T 13748.6-2005《镁及镁合金化学分析方法 银含量的测定 火焰原子吸收光谱法》。与 GB/T 13748.3-2005 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了“分析结果的计算”为“试验数据处理”，增加了数值修约执行 GB/T 8170（见 6.4，GB/T 13748.3-2005 年版第 7 章）；
- b) 更改了“允许差”为“再现性”，使用“再现性限”代替“相对允许差”（见 6.5.2，GB/T 13748.3-2005 8.2）；

- c) 增加了“银含量的测定”（见第7章）；
- d) 删除“质量控制与保证”（见 GB/T 13748.3-2005 年版第9章）；
- e) 增加了“试验报告”（见第8章）。

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：东北轻合金有限责任公司、有色金属技术经济研究院、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、航鑫材料科技有限公司、贵州省分析测试研究院、岛津企业管理（中国）有限公司、鹤壁市产品质量检验检测中心、西安交通大学、山西银光华盛镁业股份有限公司、郑州轻研合金科技有限公司、山西八达镁业有限公司。

本文件主要起草人：

本文件所代替或废止的文件的历次版本发布情况为：

——2005年首次发布为GB/T 13748.3-2005；

——本次为第一次修订，本次修订纳入了GB/T 13748.6-2005《镁及镁合金化学分析方法 银含量的测定 火焰原子吸收光谱法》（GB/T 13748.6的历次版本发布情况为：GB/T 13748.6-2005）的内容。

引 言

镁及镁合金是一类重要的轻金属材料，在航空航天、汽车制造、医疗器械、新能源等领域具有广泛应用。GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》是我国唯一的镁及镁合金化学分析方法标准，对于提高不同实验室间分析检测结果的可靠性和可比性，提升行业内化学分析的技术水平，消除供应商和客户之间因检测结果差异而造成的贸易纠纷起着重要作用。GB/T 13748覆盖了镁及镁合金中30多种元素，包含了分光光度法、滴定法、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、光电直读原子发射光谱法、X射线荧光光谱法、辉光放电质谱法等多种分析方法，为我国镁及镁合金产品的研发、生产、应用和贸易等提供重要的技术支撑和保障。

GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》拟由以下部分构成：

- 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；
- 第25部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第26部分：砷和汞含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第27部分：铬含量的测定。

本文件给出了镁及镁合金中锂元素和银元素含量的测定方法。本次修订充分参考了镁及镁合金国内外相关产品标准的规定，同时结合分析了检测的实际需求，更改了锂、银元素含量的测定范围、试料量、部分试验操作步骤和精密度。修订后的标准能够满足当前镁及镁合金研发、生产、应用、贸易等对锂含量和银含量定量分析的需求。

镁及镁合金化学分析方法

第3部分：锂、银含量的测定

原子吸收光谱法

1 范围

本文件描述了镁及镁合金中锂、银含量的测定方法。

本文件适用于镁及镁合金中锂、银含量的测定。锂的测定范围：0.0020%~16.00%，银的测定范围：0.010%~4.00%。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 仪器

火焰原子吸收光谱仪，附锂、银空心阴极灯。仪器应满足下列条件：

——特征浓度：在与测量试料溶液基体相一致的溶液中，锂的特征浓度应不大于 0.018 $\mu\text{g/mL}$ ，银的特征浓度应不大于 0.020 $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密度：最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是零浓度溶液）测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

5 样品

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 锂含量的测定

6.1 方法概述

试料用硝酸溶解，以空气—乙炔贫燃性火焰，于火焰原子吸收光谱仪波长670.8 nm处，测量锂的吸收光度，根据工作曲线法计算得到锂的质量。

6.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂和GB/T 6682规定的二级水及以上。

6.2.1 镁 ($w_{\text{Mg}} \geq 99.99\%$, $w_{\text{Li}} \leq 0.0005\%$)。

6.2.2 过氧化氢 ($\rho = 1.10 \text{ g/mL}$)。

6.2.3 氢氟酸 ($\rho = 1.14 \text{ g/mL}$)。

6.2.4 硝酸 (1+1)，优级纯。

6.2.5 硝酸 (1+9)，优级纯。

6.2.6 硫酸 (1+1)，优级纯。

6.2.7 锂标准贮存溶液 (1 mg/mL)：使用有证标准溶液配制。或称取 5.3228 g 碳酸锂 [$w(\text{Li}_2\text{CO}_3) \geq 99.99\%$] 于 500 mL 烧杯中，缓慢加入 120 mL 硝酸 (6.2.5)，加热至完全溶解，煮沸数分钟，冷却至室温。将溶液移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锂。

6.2.8 锂标准溶液 (10 $\mu\text{g/mL}$)：移取 10.00 mL 锂标准贮存溶液于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 锂。

6.2.9 锂标准溶液 (50 $\mu\text{g/mL}$)：移取 5.00 mL 锂标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 锂。

6.2.10 镁溶液 (20 mg/mL)：称取 20.00 g 镁置于 2000 mL 烧杯中，分次加入总量为 600 mL 硝酸 (6.2.4)，盖上表面皿，加热至完全溶解，冷却至室温，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.2.11 镁溶液 (1 mg/mL)：移取 25.0 mL 镁溶液 (6.2.10) 于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.3 试验步骤

6.3.1 试料

称取 0.50 g 样品 (5)，精确至 0.0001 g，记为 m 。

6.3.2 平行试验

平行做两份试验。

6.3.3 空白试验

随同试料 (6.3.1) 做空白试验。

6.3.4 测定

6.3.4.1 将试料 (6.3.1) 置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 水，缓慢加入 10 mL 硝酸 (6.2.4)，待剧烈反应停止后，再加入 10 mL 硝酸 (6.2.4)，盖上表面皿，加热至溶解完全，可加数滴过氧化氢溶解。如有不溶物，过滤洗涤。将残渣同滤纸置于铂坩埚中，灰化，于 550 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧，冷却。加入 2 mL 硫酸，5 mL 氢氟酸，并逐滴加入硝酸 (6.2.4) 至溶液清亮，加热蒸至近干，在 750 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧数分钟，冷却至室温，用少量的硝酸 (6.2.4) 溶解残渣，必要时过滤，将此滤液合并于原试液中。

6.3.4.2 按表 1 将试液 (包括处理不溶物后合并的溶液) 移入相应容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

表 1 试料的稀释方式

锂质量分数 w_{Li} %	样品溶液的定容体积 V_0 mL	移取样品溶液的体积 V_1 mL	移取样品溶液的定容体积 V_2 mL
0.0020~0.010	100	——	——
>0.010~0.050	100	——	——
>0.050~0.250	250	10.00	100
>0.250~2.50	500	10.00	500
>2.50~16.00	1000	10.00	500

6.3.4.3 于火焰原子吸收光谱仪波长 670.8 nm 处,用空气—乙炔贫燃性火焰,以水调零,与相应系列标准溶液同时测量锂的吸光度,从工作曲线上查得相应锂的质量浓度 (ρ)。

6.3.5 工作曲线的绘制

6.3.5.1 根据锂质量分数,工作曲线系列标准溶液的配制分为 5 种:

a) 锂质量分数为 0.0020%~0.010%时:移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锂标准溶液(6.2.8),分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中,各加入 25 mL 镁溶液(6.2.10)及 2 mL 硝酸(6.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

b) 锂质量分数大于 0.010%~0.050%时:移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锂标准溶液(6.2.9),分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中,各加入 25 mL 镁溶液(6.2.10)及 2 mL 硝酸(6.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

c) 锂质量分数大于 0.050%~0.250%时:移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锂标准溶液(6.2.8),分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中,各加入 1 mL 镁溶液(6.2.10)及 15 mL 硝酸(6.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

d) 锂质量分数大于 0.250%~2.50%:移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锂标准溶液(6.2.8),分别置于 7 个 100 mL 容量瓶中,各加入 2 mL 镁溶液(6.2.11)及 15 mL 硝酸(6.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

e) 锂质量分数大于 2.50%~16.00%:移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 锂标准溶液(6.2.9),分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中,各加入 1 mL 镁溶液(6.2.11)及 15 mL 硝酸(6.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.3.5.2 将系列标准溶液于火焰原子吸收光谱仪波长 670.8 nm 处,用空气—乙炔贫燃性火焰,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度。以锂的质量浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.4 试验数据处理

锂含量以锂质量分数 w_{Li} 计,数值以质量百分数表示,按公式(1)计算:

$$w_{Li} = \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得分析试液中锂的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_0 ——样品溶液的定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——移取样品试液的定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——移取样品溶液体积,单位为毫升(mL)。

当锂质量分数小于 0.10%时,计算结果保留两位有效数字;当锂质量分数不小于 0.100%且不超过 1.00%时,计算结果保留三位有效数字。当锂质量分数不小于 1.00%时,计算结果表示至小数点后两位。

数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

6.5 精密度

6.5.1 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 2 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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限 (r)

w _{Li} / %	0.0022	0.020	0.946	3.97	9.13	13.92
r / %	0.0002	0.002	0.048	0.17	0.32	0.34

6.5.2 再现性

在再现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)

w _{Li} / %	0.0022	0.020	0.946	3.97	9.13	13.92
R / %	0.0004	0.002	0.070	0.36	0.89	1.33

7 银含量的测定

7.1 方法概述

试料用硝酸溶解。在酸性溶液中，加入硫脲络合银。于火焰原子吸收光谱仪波长328.1 nm处，以空气-乙炔贫燃性火焰，测量银的吸光度，根据工作曲线法计算得到银的质量。

7.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂和GB/T 6682规定的二级水及以上。

7.2.1 镁 (w_{Mg}≥99.99%，w_{Ag}≤0.0005%)；

7.2.2 硝酸 (1+1)，优级纯。

7.2.3 硫脲溶液 (50 g/L)。

7.2.4 银标准贮存溶液 (1 mg/mL)：使用有证标准溶液配制或按下述方法之一制备。

——称取 0.2500 g 银 (w_{Ag}≥99.99%) 置于 500 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸，盖上表面皿，加热至完全溶解，继续加热煮沸以除去氮的氧化物，冷却，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

——称取 1.5748 g 基准硝酸银溶于 100 mL 水中，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

7.2.5 银标准溶液 (50 μg/mL)：移取 25.00 mL 银标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 银。

7.2.6 镁溶液 (20 mg/mL)：称取 20.00 g 镁置于 2000 mL 烧杯中，分次加入总量为 600 mL 硝酸，盖上表面皿，加热至完全溶解，冷却至室温，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.2.7 镁溶液 (1 mg/mL)：移取 25.0 mL 镁溶液 (7.2.6) 于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.3 试验步骤

7.3.1 试料

称取 0.50 g 样品 (5)，精确至 0.0001 g，记为 m。

7.3.2 平行试验

平行做两份试验。

7.3.3 空白试验

随同试料 (7.3.1) 做空白试验。

7.3.4 测定

7.3.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 水，缓慢加入 10 mL 硝酸，盖上表面皿，待剧烈反

应停止后，再加入 10 mL 硝酸，加热至试料全部溶解，用水冲洗杯壁，煮沸，取下冷却至室温。

7.3.4.2 根据试料中银含量不同分别操作：

- a) 银质量分数为 0.010%~0.100%时，将试样溶液移入 100 mL (V_0) 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸，2 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，混匀；
- b) 银质量分数为大于 0.100%~1.00%时，将试样溶液移入 100 mL (V_0) 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。再按照表 4 移取相应体积 (V_1) 于 100 mL (V_2) 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸，2 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，混匀；
- c) 银质量分数为大于 1.00%~4.00%时，将试样溶液移入 500 mL (V_0) 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。再按照表 4 移取相应体积 (V_1) 于 100 mL (V_2) 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸，2 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，混匀。

表 4 试料的稀释方式

质量分数 w_{Ag} %	样品溶液的定容体积 V_0 mL	移取样品溶液的体积 V_1 mL	移取样品溶液的定容体积 V_2 mL
0.010~0.100	100		
>0.100~1.00	100	10.00	100
>1.00~4.00	500	10.00	100

7.3.4.3 使用空气—乙炔贫燃性火焰，于原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处，用水调零，与相应的系列标准溶液同时测量银的吸光度，从工作曲线上查出相应银的质量浓度 (ρ)。

7.3.5 工作曲线的绘制

7.3.5.1 根据银质量分数，工作曲线系列标准溶液的配制分为 3 种：

- a) 银质量分数为 0.010%~0.100%时：移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 银标准溶液，分别置于 7 个 100 mL 容量瓶中，加入 25 mL 镁溶液 (7.2.6)，2 mL 硝酸，2 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，混匀。
- b) 银质量分数大于 0.100%~1.00%时：移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 银标准溶液，分别置于 7 个 100 mL 容量瓶中，加入 2.5mL 镁溶液 (7.2.6)，15 mL 硝酸，2 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，混匀。
- c) 银质量分数大于 1.00%~4.00%时：移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00mL、6.00mL、8.00 mL 银标准溶液，分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 镁溶液 (7.2.7)，15 mL 硝酸，2 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，混匀。

7.3.5.2 将系列标准溶液于火焰原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处，用空气—乙炔贫燃性火焰，以水调零，测量系列标准溶液的吸光度。以银的质量浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7.4 试验数据处理

银含量以银质量分数 w_{Ag} 计，数值以质量百分数表示，按公式 (2) 计算：

$$w_{Ag} = \frac{\rho \bullet V_0 \bullet V_2 \times 10^{-6}}{m \bullet V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

- 式中：
- ρ ——自工作曲线上查得分析试液中银的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；
 - V_0 ——样品溶液定容体积，单位为毫升 (mL)；
 - V_2 ——移取试液的定容体积，单位为毫升 (mL)；
 - m ——试料的质量，单位为克 (g)；
 - V_1 ——移取试液体积，单位为毫升 (mL)。

当银质量分数小于 0.10%时，计算结果保留两位有效数字；当银质量分数不小于 0.100%时，计算

结果保留三位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

7.5 精密度

7.5.1 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，在表5给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表5数据采用线性内插法和外延法求得。

表 5 重复性限（*r*）

<i>w</i> _{Ag} / %	0.033	0.345	3.44
<i>r</i> / %	0.0018	0.021	0.066

7.5.2 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 6 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*），超过再现性限（*R*）的情况不超过 5%，再现性限（*R*）按表 6 数据采用线性内插法和外延法求得。

表 6 再现性限（*R*）

<i>w</i> _{Ag} / %	0.033	0.345	3.44
<i>R</i> / %	0.0032	0.033	0.327

8 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。