



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.26-202X

镁及镁合金化学分析方法 第26部分：砷含量和汞含量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of magnesium and magnesium alloys—
Part 26: Determination of arsenic content and mercury content
Atomic fluorescence spectrometric method

(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26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：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。

本文件为新制定。

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：xxx

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

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、钴含量的测定 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：砷含量和汞含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第27部分：铬含量的测定。

GB/T 13748.26 给出了镁及镁合金中砷含量和汞含量的测定。本文件采用原子荧光光谱法对镁及镁合金中砷含量和汞含量进行测定，可实现砷含量在 0.10 mg/Kg~20 mg/Kg 和汞含量在 0.10 mg/Kg~1.0 mg/Kg 的测定要求。制定后的标准进一步完善镁及镁合金化学分析方法体系，能够满足当前镁及镁合金生产、贸易、分析检测的需求。

镁及镁合金化学分析方法

第 26 部分 砷含量和汞含量的测定

原子荧光光谱法

1 范围

本文件描述了镁及镁合金中砷和汞含量的测定。

本文件适用于镁及镁合金中砷和汞含量的测定。其中砷的测定范围为：0.10 mg/Kg~20 mg/Kg，汞的测定范围为：0.10 mg/Kg~1.0 mg/Kg。

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

本文件没有界定的术语和定义。

4 方法概述

试料用硝酸溶解后，用盐酸调节酸度，加入硫脲-抗坏血酸溶液，使溶液中各种价态的砷还原为三价砷。用盐酸作载流，将试液引入原子荧光光谱仪，同时进行砷和汞元素的测定，依据工作曲线法分别计算砷和汞的含量。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5.1 硝酸（1+1）。

5.2 盐酸（1+1）。

5.3 盐酸（5+95）。

5.4 硼氢化钾溶液（10 g/L）：称取 2.5 g 硼氢化钾置于烧杯中，用氢氧化钠溶液（5 g/L）稀释至 250 mL，混匀（用时现配）。

5.5 硫脲-抗坏血酸溶液（100 g/L）：称取 25 g 硫脲和 25 g 抗坏血酸置于 300 mL 烧杯中，用水溶解并稀释至 250 mL，混匀，移入棕色瓶中。

5.6 砷标准贮存溶液（1 mg/mL）。

5.7 汞标准贮存溶液（1 mg/mL）。

5.8 砷标准溶液 A：移取 1.00 mL 砷标准贮存溶液（5.6）于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸（5.2）

稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 中含 10 μ g 砷。(用时现配)。

5.9 汞标准溶液 A: 移取 1.00 mL 汞标准贮存溶液 (5.7) 于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 中含 10 μ g 汞。(用时现配)。

5.10 砷标准溶液 B: 移取 1.00 mL 砷标准溶液 A (5.8) 于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸 (5.2) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 中含 0.1 μ g 砷。(用时现配)。

5.11 汞标准溶液 B: 移取 1.00 mL 汞标准溶液 A (5.9) 于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸 (5.1) 稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 中含 0.1 μ g 汞。(用时现配)。

5.12 氙气 (体积分数 $\geq 99.99\%$)。

6 仪器设备

原子荧光光谱仪，附砷、汞空心阴极灯。

7 样品

加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 1.0 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

随同试料做空白试验。

8.4 分析试液的制备

将试料置于 300 mL 烧杯中，加入约 20 mL 水，盖上表皿，分次加入总量为 15 mL 硝酸，待剧烈反应停止后，低温加热至试料完全溶解，再加入 10 mL 盐酸 (5.2)，冷却至室温，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液，以水稀释至刻度，混匀。在 20°C ~ 25°C 条件下使溶液稳定 40 分钟。当只测汞含量时，不用加入硫脲-抗坏血酸溶液，直接以水稀释至刻度，混匀。必要时，根据工作曲线范围，稀释待测试液 (也可使用仪器在线稀释进行稀释)。

8.5 工作曲线的配制

分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 砷标准溶液 B (5.10) 和汞标准溶液 B (5.11) 置于一组 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸 (5.2) 和 10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，混匀。在 20°C ~ 25°C 条件下使系列标准溶液稳定 40 分钟。

8.6 测定

8.6.1 于原子荧光光谱仪上，在仪器运行稳定后，在选择仪器工作条件下，将系列标准溶液 (8.5) 和硼氢化钾溶液，用盐酸 (5.3) 作载流引入原子荧光光谱仪测量荧光强度值，减去系列标准溶液中“零”

浓度溶液的荧光强度值，分别以砷、汞质量浓度为横坐标，荧光强度值为纵坐标，绘制砷、汞工作曲线。各元素工作曲线的线性相关系数应不小于 0.995，否则需要重新进行测定或重新配制系列标准溶液进行测定。

8.6.2 测试分析试液（8.4）及空白试液（8.3）。从工作曲线上查出试液中砷、汞浓度。

9 试验数据处理

砷含量、汞含量分别以砷、汞的质量分数 w_X 表示，单位为：mg/Kg。按公式（1）计算。

$$W_X = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-3}}{m_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

ρ ——自工作曲线上查得砷、汞元素的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

ρ_0 ——自工作曲线上查得空白试验溶液中砷、汞元素的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

V ——试液体积，单位为毫升（mL）；

m_0 ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示为两位有效数字，数值修约执行 GB/T 8170 规定。

10 精密度

10.1 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的相对偏差不超过表 1 所列的重复性条件下的相对偏差。

表 1 重复性条件下的允许相对偏差

分析含量范围 mg/kg	允许相对偏差 %
0.10~1.0	50
>1.0~20	25

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的相对偏差不超过表 2 所列的再现性条件下的相对偏差。

表 2 再现性条件下的允许相对偏差

分析含量范围 mg/kg	允许相对偏差 %
0.10~1.0	100
>1.0~20	50

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

GB/T 13748.26-202X

- 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。