ICS 77.040.30
CCS H 12

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

（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、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 火焰原子吸收光谱法；
——第4部分：锰、锆含量的测定 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 火焰原子吸收光谱法；
——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。

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：中铝检测科技（郑州）有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、昆明冶金研究院有限公司、贵州省分析测试研究院、鹤壁市产品质量检验检测中心。

本文件主要起草人：薛宁、张静、孙改华、周元敬、周阿蒙、吴洋、罗舜、高琳、李家华、陈亮、顾松、瞿媛媛。

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系列标准，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、火焰原子吸收光谱法、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 射线荧光光谱法和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。目的在于描述测定镁及镁合金中铝元素含量的方法。

——第2部分：锡、铍、铜、镍、钛含量的测定 分光光度法。目的在于描述测定镁及镁合金中锡、铍、铜、镍及钛元素含量的方法。

——第3部分：锂、银含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于描述测定镁及镁合金中锂、银元素含量的方法。

——第4部分：锰、锆含量的测定 分光光度法。目的在于描述测定镁及镁合金中锰、锆元素含量的方法。

——第8部分：稀土含量的测定。目的在于描述测定镁及镁合金中稀土含量的方法。

——第9部分：铁、硅含量的测定 分光光度法。目的在于描述测定镁及镁合金中铁、硅元素含量的方法。

——第13部分：铅、钙、钾、钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于描述测定镁及镁合金中铅、钙、钾及钠元素含量的方法。

——第15部分：锌含量的测定。目的在于描述测定镁及镁合金中锌元素含量的方法。

——第18部分：氯含量的测定 氯化银浊度法。目的在于描述测定镁及镁合金中氯元素含量的方法。

——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。目的在于描述用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定镁及镁合金中杂质元素含量的方法。

——第21部分：元素含量的测定 光电直读原子发射光谱法。目的在于描述用光电直读原子发射光谱法测定镁及镁合金中杂质元素的含量的方法。

——第22部分：钍含量的测定。目的在于描述测定镁及镁合金中钍元素含量的方法。

——第23部分：元素含量的测定 波长色散X射线荧光光谱法。目的在于描述用波长色散X射线荧光光谱法测定镁及镁合金中杂质元素含量的方法。

——第24部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法。目的在于描述用辉光放电质谱法测定镁及镁合金中痕量杂质元素含量的方法。

——第25部分：碳含量的测定 红外吸收法。目的在于描述测定镁及镁合金中碳元素含量的方法。

——第26部分：砷含量和汞含量的测定 原子荧光光谱法。目的在于描述测定镁及镁合金中砷、汞元素含量的方法。

——第27部分：铬含量的测定。目的在于描述测定镁及镁合金中铬元素含量的方法。

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 0.00001%～0.0020%和汞含量在 0.00001%～0.0001%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含量和汞含量的测定。

本文件适用于镁及镁合金中砷含量和汞含量的测定。其中砷的测定范围为：0.00001%～0.0020%，汞的测定范围为：0.00001%～0.0001%。

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，同时进行砷元素和汞元素的测定，依据工作曲线法分别计算砷的含量和汞的含量（如果只测汞元素时，不用加硫脲-抗坏血酸溶液）。

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，用时现配。

5.6 砷标准贮存溶液（1 mg/mL）：称取1.3203 g三氧化二砷（基准试剂）（预先在100℃～110 ℃干燥2 h，干燥器中冷却后）溶解在10 mL氢氧化钠溶液（100 g/L）中，加热溶解后，移入1000 mL 容

量瓶中，用水稀释至200 mL 左右，加入2滴酚酞指示剂，以盐酸（1+1）中和至溶液呈中性并过量2滴，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL 含有1 mg砷。或使用有证标准溶液。

5.7 汞标准贮存溶液（1 mg/mL）：称取0.1354 g氯化汞（预先在硅胶干燥器中放置过夜）于200 mL烧杯中，用少量水溶解后，加入0.05 g重铬酸钾和50 mL硝酸（5.1），待溶解完全后，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL 含有1 mg汞。或使用有证标准溶液。

5.8 砷标准溶液（0.1 μg/mL）：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10μg砷。再移取1.00 mL砷标准溶液（10μg/mL）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0.1μg砷。（用时现配）。

5.9 汞标准溶液（0.01μg/mL）：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10μg汞。再移取1.00 mL汞标准溶液（10μg/mL）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0.1μg汞。再移取10.00 mL汞标准溶液（0.1μg/mL）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0.01μg汞。（用时现配）。

5.10 氩气（体积分数≥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 测定

8.4.1 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，驱除氮氧化合物。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。

8.4.2 根据砷含量的不同，按下列进行：

——当砷含量在0.00001%～0.0001%时，在溶液（8.4.1）中加入10 mL硫脲-抗坏血酸溶液，以水稀释至刻度，混匀，此时溶液体积为V。在20℃～25℃条件下使溶液稳定40分钟。

——当砷含量在0.0001%～0.0020%时，移取5.00mL上述试液于100mL容量瓶中， 加入10 mL硫脲-抗坏血酸溶液和10 mL盐酸（5.2），以水稀释至刻度，混匀,此时溶液稀释系数为20。在20℃～25℃条件下使溶液稳定40分钟。

8.4.3 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,此时溶液体积为V。

8.4.4 于原子荧光光谱仪上，与相应的系列标准溶液同时测试分析试液（8.4.2或8.4.3）及空白试液（8.3）。从工作曲线上查出试液中砷、汞浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 砷系列标准溶液的配制：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（5.8）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℃～25℃条件下使系列标准溶液稳定40分钟。

8.5.2 汞系列标准溶液的配制：分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL汞标准溶液（5.9）置于一组100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.3 砷、汞混合系列标准溶液的配制：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（5.8）和汞标准溶液（5.9）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℃～25℃条件下使系列标准溶液稳定40分钟。

8.5.4 在与试液测定相同条件下，将系列标准溶液（8.5.1 或8.5.2 或8.5.3）和硼氢化钾溶液（5.4），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。

9 试验数据处理

待测元素分别以待测元素的质量分数 w_x 表示，以质量百分数表示。按公式（1）计算。

$$w_X = \frac{(\rho_i - \rho_0) \cdot V \cdot R \times 10^{-3} \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

ρ_i——自工作曲线上查得砷、汞元素的浓度，单位为微克每升（μg/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（μg/L）；

V ——试液体积，单位为毫升（mL）；

R ——稀释系数，为20；

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，数值修约按GB/T 8170规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的2次独立测试结果的测定值，在表5给出的平均值范围内，这2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1数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限（r）

元素	质量分数/%	重复性限 r /%	元素	质量分数/%	重复性限 r /%
As	0.00003	0.00002	Hg	0.00003	0.00002
	0.0001	0.00003		0.00005	0.00002
	0.0012	0.0003		0.00008	0.00002

10.2 再现性

在再现性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值，在表 6 给出的平均值范围内，这 2 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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2　再现性限（R）

元素	质量分数/%	再现性限 r /%	元素	质量分数/%	再现性限 r /%
As	0.00003	0.00004	Hg	0.00003	0.00004
	0.0001	0.00006		0.00005	0.00003
	0.0012	0.0004		0.00008	0.00003

11　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。