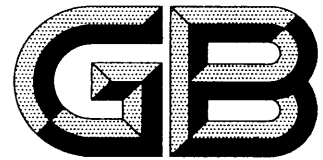


ICS 77.120.20
H 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.20—2009

镁及镁合金化学分析方法 第 20 部分: ICP-AES 测定元素含量

Chemical analysis methods of magnesium and magnesium alloys—
Part 20: Determination of elements
by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2009-04-15 发布

2010-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》分为 21 部分：

- 第 1 部分：铝含量的测定
- 第 2 部分：锡含量的测定
- 第 3 部分：锂含量的测定
- 第 4 部分：锰含量的测定
- 第 5 部分：钇含量的测定
- 第 6 部分：银含量的测定
- 第 7 部分：锆含量的测定
- 第 8 部分：稀土含量的测定
- 第 9 部分：铁含量的测定
- 第 10 部分：硅含量的测定
- 第 11 部分：铍含量的测定
- 第 12 部分：铜含量的测定
- 第 13 部分：铅总量的测定
- 第 14 部分：镍含量的测定
- 第 15 部分：锌含量的测定
- 第 16 部分：钙含量的测定
- 第 17 部分：钾、钠含量的测定
- 第 18 部分：氯含量的测定
- 第 19 部分：钛含量的测定
- 第 20 部分：ICP-AES 测定元素含量
- 第 21 部分：光电直读原子发射光谱分析方法测定元素含量

本部分为 GB/T 13748 的第 20 部分。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：东北轻合金有限责任公司、西南铝业(集团)有限责任公司、中国铝业洛阳铜业有限公司、南京云海特种金属股份有限公司。

本部分主要起草人：李跃萍、张树朝、席欢、张洁、薛宁、石磊、吴豫强。

本部分参加起草人：刘双庆、陈雄立、杜玉、周兵、邓兰洪、谢丽云、岳好峰、陶卫建。

镁及镁合金化学分析方法

第 20 部分 : ICP-AES 测定元素含量

1 范围

GB/T 13748 的本部分规定了镁及镁合金中铁、铜、锰、钛、锌、钇、钆、铈、镱、铟、铊、铋、铅、钙、铝、铈含量的测定方法。

本部分适用于镁及镁合金中铁、铜、锰、钛、锌、钇、钆、铈、镱、铟、铊、铋、铅、钙、铝、铈含量的测定,测定范围见表 1。

表 1

元素	质量分数/%	元素	质量分数/%
Fe	0.002 0~0.100	Ni	0.000 2~0.010
Cu	0.000 5~4.00	Zr	0.100~1.00
Mn	0.001 0~2.00	Be	0.000 5~0.100
Ti	0.001 0~0.050	Pb	0.001 0~0.010
Zn	0.010~7.00	Ca	0.005 0~0.10
Y	0.50~6.00	Al	0.010~10.00
Nd	0.50~3.00	Ce	0.100~4.00
Sr	0.001 0~0.050	—	—

2 方法原理

试样以盐酸溶解,在稀盐酸介质中,直接以氩等离子体光源激发,进行光谱测定,以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3 试剂

3.1 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.5 高氯酸(ρ 1.68 g/mL)。

3.6 氩气(>99.99%)。

3.7 盐酸(1+1)。

3.8 硝酸(1+1)。

3.9 硫酸(1+1)。

3.10 高纯镁:纯度大于 99.999%。

3.11 各分析元素标准贮存溶液的配制方法参见附录 A,也可使用有证系列国家标准物质(溶液)。

3.12 标准溶液

3.12.1 多元素标准溶液的配制原则:互有化学干扰、产生沉淀及互有光谱干扰的元素应分组配制。

3.12.2 将标准贮存溶液(3.11)稀释为 100 μ g/mL,并与标准贮存溶液保持一致的酸度(用时稀释)。

GB/T 13748.20—2009

3.12.3 将标准贮存溶液(3.11)稀释为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$,并与标准贮存溶液保持一致的酸度(用时稀释)。

4 仪器

电感耦合等离子体光谱仪。

5 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 2 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 2

质量分数/%	试料/g	试液体积/mL
0.000 5~0.05	0.50	100
>0.05~1.0	0.25	250
>1.0~10.0	0.20	500

6.2 测定次数

称取二份试料,进行平行测定,取其平均值。

6.3 分析试液的制备

将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 25 mL 盐酸(3.7),待剧烈反应停止后,低温加热分解,加入适量的过氧化氢(3.1),至试料完全溶解,煮沸分解过量的过氧化氢,冷却至室温,将溶液移入表 2 中相应体积的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。必要时根据元素含量范围,稀释待测溶液,并随同试样做空白试验。

注:对锆、锰含量高的镁合金在溶样时可加(1~2)滴氢氟酸助溶。

6.4 系列标准溶液的配制

6.4.1 称取与分析试液(6.3)中相同质量的高纯镁(3.10)于 250 mL 烧杯中,加入 25 mL 盐酸(3.7),待剧烈反应停止后,低温加热分解,加入适量的过氧化氢(3.1),至试料完全溶解,煮沸分解过量的过氧化氢,冷却,将溶液转入表 2 中相应体积的容量瓶中,加入适量的待测元素标准溶液(3.12),使镁基体浓度、溶液酸度与分析试液(6.3)基本一致,用水稀释至刻度混匀。以不加标准溶液的分析试液作为空白溶液。系列标准溶液中待测元素的含量要略高于样品中该元素的含量。系列标准溶液的数量由精度要求决定,一般(3~5)个。

6.4.2 根据试样(5)的牌号也可选择相应的系列标准样品(国家一级标样),按(6.3)分析试液制备方法配制系列标准溶液,系列标准溶液的数量由精度要求决定,一般(3~5)个。

6.5 测定

6.5.1 推荐分析线见表 3。

表 3

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
Fe	259.940、239.562	Zn	206.200、213.856
Cu	324.754、327.396	Y	224.306、377.443
Mn	257.610、259.373	Nd	403.358、394.151
Ti	334.941、336.121	Sr	407.771

表 3 (续)

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
Ni	231.604	Ca	393.366
Zr	339.198	Al	396.152
Be	313.042, 234.861	Ce	413.380, 413.756
Pb	220.353	—	—

6.5.2 分析条件:将系列标准溶液(6.4)引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中,输入根据试验所选择的仪器最佳测定条件,在各元素选定的波长处,测定系列标准溶液中各元素的强度,当工作曲线的线性相关系数 ≥ 0.9995 时,即可进行分析试液(6.3)的测定,根据强度和浓度的关系计算机自动给出试样(5)中各元素的质量浓度。

7 分析结果的计算

按式(1)计算各待测元素的质量分数(%):

$$w(X) = \frac{(c - c_0) \cdot V \cdot R \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c ——自工作曲线上查得被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- c_0 ——自工作曲线上查得空白试验溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——测定试液体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g);
- R ——稀释系数。

8 精密度

8.1 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4数据采用线性内插法求得:

表 4

质量分数/%	0.000 5	0.001 0	0.005 0	0.010 0	0.050	0.100	0.50	1.00	5.00	10.00
重复性限 r /%	0.000 2	0.000 4	0.000 7	0.001 2	0.004	0.010	0.03	0.06	0.18	0.30

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

表 5

质量分数/%	0.000 5	0.001 0	0.005 0	0.010 0	0.050	0.100	0.50	1.00	5.00	10.00
再现性限 R /%	0.000 3	0.000 4	0.000 7	0.002 0	0.005	0.010	0.04	0.07	0.20	0.40

9 质量保证与控制

每月用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

附 录 A
(资料性附录)
标准贮存溶液的制备

A.1 铝标准贮存溶液, 1 mg/mL

准确称取 1.000 0 g 金属铝(99.99%)于烧杯中,加 30 mL 盐酸(3.7),缓慢加热至完全溶解,冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铝。

A.2 锆标准贮存溶液, 1 mg/mL

准确称取 1.766 4 g 氧氯化锆($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 、优级纯),置于 400 mL 的烧杯中,加入 100 mL 水及 170 mL 盐酸(3.7)溶解,将溶液转移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锆。

A.3 钙标准贮存溶液, 1 mg/mL

准确称取 2.497 1 g 碳酸钙($CaCO_3$ 、基准试剂)置于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,然后滴加盐酸(3.7)至完全溶解,并过量 20 mL,煮沸驱除二氧化碳,冷却,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钙。

A.4 钇标准贮存溶液, 1 mg/mL

准确称取 1.269 9 g 预先在 800 °C~900 °C 高温炉中灼烧 30 min,于干燥器中放置 60 min 后的氧化钇(光谱纯)于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸(3.7),加热使其完全溶解后,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钇。

A.5 铁标准贮存溶液, 1 mg/mL

准确称取 1.000 0 g 铁(99.99%),置于 400 mL 的烧杯中,盖上表皿,加入 40 mL 盐酸(3.7),缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液转移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铁。

A.6 锌标准贮存溶液, 1 mg/mL

准确称取 1.000 0 g 锌(99.99%),置于 400 mL 的烧杯中,盖上表皿,加入 40 mL 盐酸(3.7),缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液转移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锌。

A.7 铍标准贮存溶液, 1 mg/mL

准确称取 1.000 g 铍(99.99%),置于 400 mL 的烧杯中,盖上表皿,加入 40 mL 盐酸(3.7),缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液转移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铍。

A.8 钛标准贮存溶液, 1 mg/mL

准确称取 1.000 0 g 金属钛,于铂坩埚中,加入少许水后,慢慢滴加氢氟酸使样品溶解,再滴加硝酸将低价钛完全氧化,加入 10 mL 硫酸(3.9),摇匀,加热蒸发至刚冒硫酸白烟,取下冷却后,将溶液转移

入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钛。

A.9 铅标准贮存溶液,1 mg/mL

准确称取 1.000 0 g 铅(99.99%),置于 300 mL 的烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 硝酸(3.3),缓慢加热至完全溶解,煮沸数分钟,驱除氮氧化物,冷却,将溶液转移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铅。

A.10 铜标准贮存溶液,1 mg/mL

准确称取 1.000 g 铜(99.99%),置于 400 mL 的烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 硝酸(3.8),缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液转移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铜。

A.11 镍标准贮存溶液,1 mg/mL

准确称取 1.000 0 g 镍(99.99%),置于 400 mL 的烧杯中,盖上表皿,加入 40 mL 盐酸(3.7),缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液转移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镍。

A.12 锰标准贮存溶液,1 mg/mL

准确称取 1.000 0 g 锰(99.99%),置于 400 mL 的烧杯中,盖上表皿,加入 40 mL 盐酸(3.7),缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液转移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锰。

A.13 钹标准贮存溶液,1 mg/mL

准确称取 1.166 4 g 预先在 800 °C~900 °C 高温炉中灼烧 30 min,于干燥器中放置 60 min 后的氧化钹(光谱纯),置于 400 mL 的烧杯中,盖上表皿,加入 50 mL 盐酸(3.7)、数滴过氧化氢(3.1),缓慢加热至完全溶解,冷却,将溶液转移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钹。

A.14 铈标准贮存溶液,1 mg/mL

准确称取 0.614 2 g 预先在 800 °C~900 °C 高温炉中灼烧 30 min,于干燥器中放置 60 min 后的二氧化铈(光谱纯),精确至 0.000 1 g,于 200 mL 烧杯中,加入 5 mL 高氯酸(3.5)、2 mL 过氧化氢(3.1),盖上表皿,低温加热至二氧化铈完全溶解,蒸发至近干。取下,稍冷,加入 50 mL 盐酸(3.7),6 滴过氧化氢(3.1),加热煮沸使盐类完全溶解并使过氧化氢分解完全,取下,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,加入 35 mL 盐酸(3.7),以水稀释到刻度混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

A.15 锶标准贮存溶液,1.0 mg/mL

准确称取 3.042 0 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)置于 250 mL 烧杯中,加入水溶解后,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锶。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
镁及镁合金化学分析方法
第 20 部分: ICP-AES 测定元素含量
GB/T 13748.20—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-37614 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 13748.20-2009

打印日期: 2010年2月10日