

ICS 77.120.20
H 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.20—2009

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

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

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。

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

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、铍、锶、镍、锆、铍、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、铍、锶、镍、锆、铍、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)。