



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.24-202X

镁及镁合金化学分析方法

第 24 部分：痕量杂质元素的测定 辉光放电质谱法

Methods for chemical analysis of magnesium and magnesium alloys —
Part 24: Determination of trace impurity elements content—
Glow discharge mass spectrometry

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

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24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：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。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

引 言

镁及镁合金是一种重要的金属材料。GB/T 13748《镁及镁合金化学分析方法》系列标准是镁及镁合金化学分析方法基础标准。为了更好的满足行业对镁及镁合金研发、生产和检测的需求，有必要制订更为完善的系列分析方法标准，在行业内形成统一的测试评价体系，增加检测结果的可靠性和可比性。该系列标准在镁及镁合金产品研发、贸易结算、化学元素比对、标准物质研制等多领域应用广泛，为我国镁及镁合金产品研发、生产、贸易等提供重要的数据支撑作用。

GB/T13748《镁及镁合金化学分析方法》系列标准包含了分光光度法、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、光电直读光谱法、辉光质谱法等多种分析手段。由以下部分构成。

- 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。

本文件在充分调研了纯镁等相关产品标准及行业内分析检测需求的基础上，结合目前其产品的生产、研发、应用和贸易的实际需求而制定。辉光放电质谱发具有多元素同时测定、

GB/T 13748.24-202X

测定范围广、检出限低等特点，能够满足高纯镁产品标准的要求，能更好地配合纯镁产品的研究开发及应用，有利于材料的质量提升及性能改进。对材料的研制、生产以及应用过程中的质量控制具有重要意义，能够进一步健全和完善我国现行的高纯镁产品的评价。对助力我国高纯镁产业的生产、贸易需求，能够起到十分重要的作用。

镁及镁合金化学分析方法

第 24 部分：痕量杂质元素的测定

辉光放电质谱法

1 范围

本文件规定了高纯镁中痕量杂质元素含量的测定方法。

本文件适用于高纯镁中痕量杂质元素含量的测定。测定范围：氟、硫、氯、溴为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，其他元素为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~5000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，各元素见表 1。

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

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

样品作为阴极进行辉光放电，在惰性气体(氦气)条件下，其表面原子被溅射而脱离样品进入辉光放电等离子体中，在等离子体中离子化后被导入质谱仪。在各元素同位素质量数处以预设的扫描点数和积分时间对相应谱峰积分，所得面积即为谱峰强度，并通过公式计算得到各杂质元素的含量。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级及以上。

5.2 无水乙醇 ($\rho=0.789\text{g}/\text{mL}$)。

5.3 硝酸 (1+9)。

5.4 背景监控样品：检测仪器的背景空白。

5.5 镁标准样品。

5.6 氮气 (体积分数 $\geq 99.99\%$)。

5.7 氦气 (等离子体工作用氦气，体积分数 $\geq 99.999\%$ ；吹扫用氦气，体积分数 $\geq 99.99\%$)。

6 仪器设备

6.1 辉光放电质谱仪，中分辨模式下质量分辨率大于 3500，高分辨模式下分辨率可达 9000~10000。

6.2 推荐的测定同位素和分辨率见表1。测定时要求同位素⁹²Mg的谱峰强度不小于 1×10^9 cps，峰形符合分辨率要求。

表 1 测定同位素和分辨率

元 素	同位素 质量数	分辨率	元 素	同位素 质量数	分辨率	元 素	同位素 质量数	分辨率
Li	7	中分辨	Se	77	高分辨	Eu	153	中分辨
Be	9	中分辨	Br	79	高分辨	Gd	157	中分辨
B	11	中分辨	Rb	85	中分辨	Tb	159	中分辨
F	19	中分辨	Sr	88	中分辨	Dy	163	中分辨
Na	23	中分辨	Y	89	中分辨	Ho	165	中分辨
Al	27	中分辨	Zr	90	中分辨	Er	166	中分辨
Si	28	中分辨	Nb	93	中分辨	Tm	169	中分辨
P	31	中分辨	Mo	95	中分辨	Yb	172	中分辨
S	32	中分辨	Ru	101	中分辨	Lu	175	中分辨
Cl	35	中分辨	Rh	103	中分辨	Hf	178	中分辨
K	39	高分辨	Pd	105	中分辨	Ta	181	中分辨
Ca	44	中分辨	Ag	107	中分辨	W	182	中分辨
Sc	45	中分辨	Cd	111	中分辨	Re	185	中分辨
Ti	48	中分辨	In	115	中分辨	Os	189	中分辨
V	51	中分辨	Sn	118	中分辨	Ir	193	中分辨
Cr	52	中分辨	Sb	121	中分辨	Pt	195	中分辨
Mn	55	中分辨	I	127	中分辨	Au	197	中分辨
Fe	56	中分辨	Te	128	中分辨	Hg	202	中分辨
Co	59	中分辨	Cs	133	中分辨	Tl	205	中分辨
Ni	60	中分辨	Ba	138	中分辨	Pb	208	中分辨
Cu	63	中分辨	La	139	中分辨	Bi	209	中分辨
Zn	66	中分辨	Ce	140	中分辨	Th	232	中分辨
Ga	69	中分辨	Pr	141	中分辨	U	238	中分辨
Ge	72	高分辨	Nd	146	中分辨			
As	75	中分辨	Sm	147	中分辨			

7 样品

将样品制备成所需要的几何形状，尺寸应能放入辉光放电离子源内，并能够稳定地进行辉光放电。

8 试验步骤

8.1 样品预处理

通常高纯镁经过机械切割加工成合适尺寸的块状样品后，采用无水乙醇（5.2）先将样品加工过程中带入的有机物清除干净；然后使用硝酸（5.3）清洗，用水（5.1）冲洗干净、用氮气（5.6）吹干或晾干后备用。样品的清洁表面在实验室环境的暴露时间最小化。

8.2 仪器准备工作

将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需要的条件。应调节仪器参数直到分析时所需的质量分辨率（中分辨率达到 3000~4000，高分辨率达到 9000~10000）、合适的信号强度和合适的基体质量扫描峰形状。测定仪器背景监控样品（5.4），观察被测元素的背景情况。

8.3 相对灵敏度因子的测定

8.3.1 半定量分析

半定量分析时，仪器软件中的“典型相对灵敏度因子”可用作被测元素的相对灵敏度因子。

8.3.2 定量分析

在相同测试条件下对镁标准样品（5.5）进行独立测定，获得相应的相对灵敏度因子，按公式（1）得出被测元素相对灵敏度因子（ $RSF_{X/Mg}$ ）。

$$RSF_{X/Mg} = \frac{w_X \cdot A_{X_i} \cdot I_{Mg_j}}{w_{Mg} \cdot A_{Mg_j} \cdot I_{X_i}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$RSF_{X/Mg}$ —— 在特定辉光放电条件下测定 Mg 中元素 X 的相对灵敏度因子；

w_X —— 元素 X 的质量分数，单位为微克每千克（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）；

A_{X_i} —— 元素 X 的 i 同位素丰度；

I_{Mg_j} —— 元素 Mg 的 j 同位素谱峰强度；

w_{Mg} —— 基体元素 Mg 的质量分数定义为 1.00×10^9 ，单位为微克每千克（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）；

A_{Mg_j} —— 基体元素 Mg 的 j 同位素丰度；

I_{X_i} —— 元素 X 的 i 同位素谱峰强度。

8.4 测定

8.4.1 选择适当的电流预溅射不小于 5min，在正式采集数据前进行预溅射，以清除样品表面的污染。

8.4.2 将辉光放电离子源溅射条件调节到分析所需的条件，在氩气（5.7）气氛条件下，进

GB/T 13748.24-202X

行测量。同一溅射点连续采集的三个测量数据，精密度满足所允许的相对偏差的要求时，取其平均值作为测量结果。被测元素的含量以质量分数计，计算机直接给出计算结果。

9 试验数据处理

被测元素含量以 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 表示，一般取两位有效数字或小数点后保留一位数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的方法，并在短时间内对同一被测对象进行测试，获得的两次独立测试结果的相对偏差不超过表 2 所列的重复性条件下的相对允许偏差。

表 2 重复性条件下的相对允许偏差

元素含量范围 $w / (\mu\text{g}/\text{kg})$	相对允许偏差/%

10.2 再现性

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的相对偏差不超过表 3 所列的再现性条件下的允许相对偏差。

表 3 再现性条件下的相对允许偏差

元素含量范围 $w / (\mu\text{g}/\text{kg})$	相对允许偏差/%

11 试验报告

——试验报告至少应给出以下几个方面内容：

——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。
