



中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.18-202X
代替 GB/T 13748.18-2005

镁及镁合金化学分析方法 第 18 部分：氯含量的测定 氯化银浊度法

Methods for chemical analysis of magnesium and magnesium alloys

Part 18: Determination of chlorine content

Silver chloride turbidimetric 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18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 依来铬氰蓝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：钽含量的测定。
- 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。

本文件代替 GB/T 13748.18-2005《镁及镁合金化学分析方法 第18部分：氯含量的测定》，与 GB/T 13748.18-2005 相比，除了结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了范围，扩大了氯含量的检测上限，由 0.040% 扩大到 0.10%（见第1章，GB/T 13748.18-2005 的第1章）；
- b) 更改了样品称样量（见 8.1 的表1，GB/T 13748.18-2005 的 6.1 表1）；
- c) 更改“分析结果的计算”为“数据处理”，增加了数值修约执行 GB/T 8170。（见第9章，GB/T 13748.18-2005 的第7章）；
- d) 更改了精密度（见第10章，GB/T 13748.18-2005 的第8章）；
- e) 删除质量保证与控制（GB/T 13748.18-2005 的第9章）；
- f) 增加了实验报告（见第11章）。

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、XX

GB/T 13748.18-202X

本文件主要起草人： XX。

本文件所代替或废止的文件的历次版本发布情况为：

——1992年首次发布为 GB/T 4374.5-1984；

——2005年第一次修订为 GB/T 13748.18-2005；

——本次为第二次修订。

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、铅含量的测定 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：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；
- 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 13748.18 给出了镁及镁合金中氯含量的测定，修订后的标准扩大了标准的适用范围，对精密度数据重新进行了验证，通过精密度与正确度试验验证了方法的可行性，给出了方法的精密度。修订后的标准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 18 部分 氯含量的测定

氯化银浊度法

1 范围

本文件描述了镁及镁合金中氯含量的测定方法。

本文件适用于镁及镁合金中氯含量的测定。测定范围：0.0010%~0.10%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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

试料用硫酸溶解，在丙酮存在下，氯与硝酸银形成氯化银乳浊液，于分光光度计波长 420nm 处，测量其吸光度，根据工作曲线查得氯的质量，计算得到氯的质量分数。

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（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

5.2 丙酮。

5.3 硫酸（1+1）。

5.4 硫酸（1+3）。

5.5 硝酸银溶液（10 g/L）。

5.6 无氯离子水：取 50 mL 去离子水，加入 2 滴硝酸（5.2），1 mL 硝酸银溶液（5.6），于避光处观察，应无氯离子反应（本方法凡涉及试剂配制、稀释用水等之处，均指此种水）。

5.7 氯标准贮存溶液：称取 1.6485 g 基准氯化钠（预先在 400℃~500℃灼烧至恒量，无爆裂声，在干燥器中冷却至室温）溶于水中，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg

氯。

5.8 氯标准溶液：移取 25.00 mL 氯标准贮存溶液（5.8）于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 氯。

6 仪器

分光光度计。

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

按表 1 称取试料，精确至 0.0001 g，记为 m_0 。

表 1 称样量、加入硫酸体积

氯的质量分数 %	试料质量 m_0 g	硫酸体积 mL
0.001~0.008	2.5	50
>0.008~0.02	1.0	50
>0.02~0.04	0.50	35
>0.04~0.10	0.20	35

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，按表 1 缓慢加入相应的硫酸（5.5），待试样溶解完全后，移入到 100 mL 容量瓶中（如混浊需过滤，应注意滤纸含氯，需要考虑滤纸引入的氯污染，可先用硫酸（5.5）和去离子水清洗至无氯离子），冷却至室温。

8.4.2 加入 3 mL 硝酸（5.2），混匀。加入 2 mL 丙酮（5.3），混匀。加入 2 mL 硝酸银溶液（5.6），用水稀释至刻度，混匀。将容量瓶放置于 $70^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 的水浴中加热 8 min，取出，流水冷却至室温，移入暗室放置 10 min。

8.4.3 将部分试液（8.4.2）移入 3 cm 比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查得氯的质量（ m_1 ）。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 于一组 100 mL 容量瓶中分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氯标准溶液（5.9），加入 3 mL 硝酸（5.2），以下按 8.4.2 进行。

8.5.2 将部分试液（8.5.1）移入 3 cm 比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长 420 nm 处测量系列标准溶液的吸光度。减去试剂空白的吸光度后，以氯的质量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

9 试验数据处理

氯含量以氯的质量分数 w_{Cl} 计，数值以质量百分数表示，按公式（1）计算：

$$w_{Cl} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 m_1 ——自工作曲线上查得的氯的质量，单位为微克（ μg ）；
 m_0 ——试料的质量，单位为克（g）。
计算结果保留两位有效数字，数值修约执行GB/T 8170的规定。

10 精密度

10.1 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，在表 2 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 ）情况不超过 5%。重复性限（ r ）按表 2 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 2 重复性限（ r ）

$w_{Cl} / \%$	0.0030	0.012	0.030	0.095
$r / \%$	0.0003	0.002	0.003	0.005

10.2 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，在表 3 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 ）情况不超过 5%。再现性限（ R ）按表 3 数据采用线性内差法或外延法求得。

表 3 再现性限（ R ）

$w_{Cl} / \%$	0.0030	0.012	0.030	0.095
$R / \%$	0.0005	0.003	0.005	0.008

11 试验报告

- 试验报告至少应给出以下几个方面的内容：
- 试验对象；
 - 本文件编号；
 - 使用的方法；
 - 结果；
 - 观察到的异常现象；
 - 试验日期。

