ICS 77.120.20
CCS H 12

中华人民共和国国家标准

GB/T 13748.27—202X

镁及镁合金化学分析方法 第27部分：铬含量的测定

Methods for chemical analysis of magnesium and magnesium alloys — Part 27: Determination of chromium content

（送审稿）

（本稿完成日期：2026-9-6）

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27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；

——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。

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：广东省科学院工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、中铝检测科技（郑州）有限公司、贵州省分析测试研究院、山西八达镁业有限公司、西南铝业(集团)有限责任公司、鹤壁市产品质量检验检测中心、岛津企业管理（中国）有限公司、有研工程技术研究院有限公司。

本文件主要起草人：马艳芳、王立、张莹莹、周元敬、唐清、陈雄飞、商继先、殷姝雅、肖永泽、高李霞、李俊烨、熊晓燕、李雪涵、陈昕、马鸣龙。

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。

本次制定充分参考了镁及镁合金国内外相关产品标准的规定，同时结合了分析检测的实际需求，推荐了铬元素含量的测定范围、试料量、部分试验操作步骤和精密度。制定后的标准能够满足当前镁及镁合金研发、生产、应用、贸易等对铬含量定量分析的需求。

镁及镁合金化学分析方法

第 27 部分：铬含量的测定

1 范围

本文件描述了分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定镁及镁合金中铬含量的方法。

本文件适用于镁及镁合金中铬含量的测定。其中分光光度法的测定范围（质量分数）：0.00010 %~0.050 %；火焰原子吸收光谱法的测定范围（质量分数）：0.010 %～0.050 %。

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

本文件没有需要界定的术语和定义。

4　二苯基碳酰二肼分光光度法

4.1 方法概述

试料用盐酸、硝酸和硫酸混合酸分解，用硝酸铈铵将三价铬离子氧化成六价铬离子，用 4-甲基-2-戊酮萃取六价铬离子，然后将其反萃取到水相，在 0.1 mol/L 硫酸介质中，加入二苯基碳酰二肼与铬生成红色络合物，于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度，采用工作曲线法计算铬的质量分数。

4.2 试剂

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。

4.2.1　4-甲基-2-戊酮[$(CH_3)_2C(OH)CH_2COCH_3$]。

4.2.2　混合酸溶液：将 300 mL 水、100 mL 盐酸（ρ=1.19 g/mL）和 100 mL 硝酸（ρ=l.42 g/mL）混合。贮存于深色容器内。

4.2.3　硫酸（1+1）。

4.2.4　硫酸（2+7）。

4.2.5　盐酸（1+1）。

4.2.6　盐酸（1+24）。

4.2.7　硝酸铈铵溶液（20 g/L）：称取 2 g 硝酸铈铵[$(NH_4)_2Ce(NO_3)$]溶解于少量水中，加入 25 mL 硫酸（4.2.4），用水稀释至 100 mL，混匀。

4.2.8 二苯基碳酰二肼溶液（10 g/L）：称取 0.5 g 二苯基碳酰二肼溶解于 50 mL 无水乙醇中。用时现配。

4.2.9 铬标准贮存溶液（200 μg/mL）：称取 0.5659 g 预先在 140 ℃下烘干 2 h 并于干燥器中冷却的重铬酸钾（基准试剂），用适量水溶解后并移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 200 μg 铬。或使用有证标准溶液。

4.2.10 铬标准溶液 A（10 μg/mL）：移取 25.00 mL 铬标准贮存溶液（4.2.9）至 500 mL 容量瓶内，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 10 μg 铬。

4.2.11 铬标准溶液 B（1 μg/mL）：移取 5.00 mL 铬标准贮存溶液（4.2.9）至 1000 mL 容量瓶内，用水

稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铬。

4.3 仪器设备

分光光度计。

4.4 样品

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

称取 0.20 g 样品，精确至 0.000 1 g。

4.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.3 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.6 测定

4.6.1 将试料置于 100 mL 烧杯中，盖上表皿，分次加入 10 mL 混合酸溶液（4.2.2），微热溶解完全，用少量水洗涤表皿及杯壁，加入 12 mL 硫酸（4.2.3），加热试液至冒三氧化硫白烟并有大量盐类析出，取下冷却。用约 30 mL 水吹洗表皿及杯壁，混匀，微热至盐类溶解完全。

4.6.2 向试液中加入 2 mL 硝酸铈铵溶液（4.2.7），盖上表皿，置于沸水浴中，20 min 后取出冷却至室温。将试液转移至 100 mL 分液漏斗 A 中，用少量水洗涤烧杯和表皿，控制体积为 45 mL。

4.6.3 向分液漏斗 A 中加入 4.5 mL 盐酸（4.2.5），混匀。加入 25 mL 4-甲基-2-戊酮（4.2.1），振荡 60 s，静置分层，放出下层水相于另一个 100 mL 分液漏斗 B 中。向分液漏斗 B 中加入 25 mL 4-甲基-2-戊酮（4.2.1），振荡 30 s，静置分层，弃去水相。将分液漏斗 B 中有机相合并到分液漏斗 A 中，静置 60 s，弃去可能存在的残余水相。向分液漏斗 A 中加入 25 mL 盐酸（4.2.6），振荡 10 s，静置分层，弃去水相。

4.6.4 根据试料中铬的质量分数分别按以下方式进行测定。

—— 铬的质量分数在 0.00010 %~0.0070 %时，将有机相中的六价铬离子用水连续反萃取 2 次，每次用水 10 mL，每次振荡 30 s，放出的水相收集于 25 mL 比色管中。加入 0.6 mL 硫酸（4.2.4），混匀，加入 0.5 mL 二苯基碳酰二肼溶液（4.2.8），用水稀释至刻度，轻轻混匀。

—— 铬的质量分数在>0.0070 %~0.050 %时，将有机相中的六价铬离子用水连续反萃取 2 次，每次用水 25 mL，每次振荡 30 s，放出的水相收集于 100 mL 容量瓶内。加入 2.5 mL 硫酸（4.2.4），稀释至约 80 mL，混匀，加入 2 mL 二苯基碳酰二肼溶液（4.2.8），用水稀释至刻度，轻轻混匀。

4.6.5 放置 10 min 后，弃去少许上层溶液，移取部分试液（4.6.4）于表 1 推荐的比色皿中，于分光光度计波长 540 nm 处，以水作参比，测量其吸光度，减去空白试验溶液吸光度，从工作曲线上查得相应铬量。

表 1 推荐比色皿厚度

铬含量 %	比色皿厚度 cm
0.00010 ~ 0.0070	5

＞0.0070～0.050	1

4.7 工作曲线的绘制

4.7.1 根据试料中铬的质量分数，系列标准溶液的配置分为 2 种：

—— 铬的质量分数在 0.00010 %~0.0070 %时，分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 铬标准溶液 B（4.2.11）于 7 个 100 mL 分液漏斗中，稀释至 45mL，分别加入 4.5 mL 盐酸（4.2.5），混匀。以下按 4.6.3~4.6.4 中加入 25 mL 4-甲基-2-戊酮（4.2.1）进行。

—— 铬的质量分数在>0.0070 %~0.050 %时，分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 铬标准溶液 A（4.2.10）于 6 个 100 mL 分液漏斗中，稀释至 45mL，分别加入 4.5 mL 盐酸（4.2.5），混匀。以下按 4.6.3~4.6.4 中加入 25 mL 4-甲基-2-戊酮（4.2.1）进行。

4.7.2 放置 10 min 后，弃去少许上层溶液，移取部分系列标准溶液于表 1 推荐的比色皿中，于分光光度计波长 540 nm 处，以水作参比，测量其吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液吸光度，以铬的质量为横坐标，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 0.995%，否则需要重新配置系列标准溶液进行测定。

4.8 试验数据处理

铬含量以铬的质量分数 w_{Cr} 计，数值以百分数表示，按公式（1）计算：

$$w_{Cr}=\frac{m_1\times10^{-6}}{m_0}\times100\% \quad \cdots\cdots\cdots\

5 火焰原子吸收光谱法

5.1 方法概述

试料用盐酸和硝酸溶解，以氯化铵作为释放剂，于火焰原子吸收光谱仪波长 357.9 nm 处，以空气-乙炔富燃性火焰测量铬的吸光度，采用标准加入法绘制工作曲线计算铬的质量分数。

5.2 试剂

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。

5.2.1 纯镁(w_{Mg}≥99.99 %，w_{Cr}<0.0005%)。

5.2.2 混合酸溶液：将 400 mL 水、200 mL 盐酸（ρ=1.19 g/mL）和 200 mL 硝酸（ρ=1.42 g/mL）混合。贮存于深色容器内。

5.2.3 盐酸（1+1）。

5.2.4 氯化铵溶液（250 g/L）。

5.2.5 铬（III）标准贮存溶液（200 μg/mL）：称取 0.5659 g 预先在 140 ℃下烘干 2 h 并于干燥器中冷却的重铬酸钾（基准试剂），用适量水和 10 mL 盐酸（5.2.3）微热溶解，滴加 3 mL 过氧化氢（ρ=1.46 g/mL）至黄色消失，放置 12 h 以上，置于沸水浴中加热至摇动无气泡产生，取下冷却。移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 200 μg 铬（III）。

5.2.6 铬（III）标准溶液（40 μg/mL）：移取 20.00 mL 铬（III）标准贮存溶液（5.2.5）至 100 mL 容量瓶内，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 40 μg 铬（III）。

5.3 仪器设备

火焰原子吸收光谱仪，附铬空心阴极灯。在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测量试料溶液基体一致的溶液中，铬的特征浓度应不大于 0.1 μg/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其吸光度的标准偏差应不超过其平均吸光度的 1.0%，用最低浓度的标准溶液（不是零浓度溶液）测量 10 次吸光度，其吸光度的标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分为五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.70。

5.4 样品

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5.5 试验步骤

5.5.1 试料

称取 4.00 g 样品，精确至 0.0001 g。

5.5.2 空白试验

称取 4.00 g 纯镁（5.2.1）代替试料做空白试验。

5.5.3 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.6 测定

5.6.1 将试料置于 250 mL 烧杯中，盖上表皿，分次加入 80 mL 混合酸溶液（5.2.2），微热溶解完全。如仍有未溶解样品，继续滴加盐酸（5.2.3）至溶解完全。用少量水洗表皿及杯壁，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.6.2 分别移取 6 份 15.00 mL 试液（5.6.1）于 6 个 25 mL 容量瓶中，加入 2 mL 氯化铵溶液（5.2.4）。再分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL 铬（III）标准溶液（5.2.6），用水稀释至刻度，混匀。此系列溶液作为试验测定溶液和绘制标准曲线溶液。

5.6.3 移取 15.00 mL 空白试验试液（5.5.3）于 25 mL 容量瓶中，加入 2 mL 氯化铵溶液（5.2.4）。用水稀释至刻度，混匀。

5.6.4 工作曲线的绘制

于火焰原子吸收光谱仪波长 357.9 nm 处，以空白测试溶液（5.6.3）调零，用空气-乙炔富燃性火焰测量系列试验溶液（5.6.2）中铬的吸光度。以所测得的吸光度减去加入 0 mL 铬（III）标准溶液（5.2.6）试验溶液的吸光度为纵坐标，以加入铬（III）标准溶液的质量浓度为横坐标，绘制工作曲线。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。

5.7 试验数据处理

铬含量以铬的质量分数 w_{Cr} 计，数值以百分数表示，按公式（2）计算：

$$w_{Cr}=\frac{\rho\cdot V_3\cdot V_1\times10^{-6}}{m_2\cdot V_2}\times100\% \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

ρ——从工作曲线上查出加入 0 mL 铬（III）标准溶液试验溶液的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V_3——试样测试溶液系列定容体积，单位为毫升（mL）；

V_1——原试液定容体积，单位为毫升（mL）；

m_2——试料的质量，单位为克（g）；

V_2——分取原试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留两位有效数字，数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

5.8 精密度

5.8.1 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，在表 4 给出的平均值范围内，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或外延法求得。

表 4 重复性限

w/ %	0.025	0.030	0.045
r / %	0.003	0.003	0.004

5.8.2 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，在表 5 给出的平均值范围内，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或外延法求得。

表 5 再现性限

w/ %	0.025	0.030	0.045
R / %	0.005	0.005	0.006

6 试验报告

试验报告应包括以下内容：

—— 试验样品；

—— 本文件编号；

—— 使用的方法；

—— 分析结果；

—— 与基本分析步骤的差异；

—— 测定中观察到的异常现象；

—— 试验日期。