



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3211—2008  
代替 GB/T 3211—1987

## 金 属 铬

Metal chrome

(ISO 10387:1994, Metal chrome—Specification and  
conditions of delivery, MOD)

2008-05-13 发布

2008-11-01 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

本标准修改采用 ISO 10387:1994《金属铬—规格和交货条件》(英文版)。

本标准根据 ISO 10387:1994 重新起草。为了方便比较,在附录 A 中列出了本标准章条编号和 ISO 10387:1994 章条编号的对照一览表。

考虑到我国国情,在采用 ISO 10387:1994 时,本标准在采用国际标准时进行了修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

为便于使用,对于 ISO 10387:1994,本标准还做了下列编辑性修改:

- 将“本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除 ISO 10387:1994 的前言。

本标准代替 GB/T 3211—1987《金属铬》。

本标准与 GB/T 3211—1987 相比主要变化如下:

- 增加了 JCr99.2 牌号,取消了 JCr98.5-A 牌号,JCr98.5-B 牌号修改为 JCr98.5;
- 调整了产品化学成分要求;
- 修改了产品的组批方法;
- 增加了产品的包装方式;
- 增加了附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E 和附录 F。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F 为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:中信锦州铁合金股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:梁志全、金绍祥、金爱娣、王良、杨瑞、张瑞香、王雪。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

GB/T 3211—1982、GB/T 3211—1987。

# 金 属 铬

## 1 范围

本标准规定了金属铬的要求、试验方法、检验规则、包装、储运、标志和质量证明书。

本标准适用于铝热法生产的金属铬。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 3650 铁合金验收、包装、储运、标志和质量证明书的一般规定

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 4702.2 金属铬化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量

GB/T 4702.3 金属铬化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量

GB/T 4702.4 金属铬化学分析方法 EDTA 容量法测定铁量

GB/T 4702.5 金属铬化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铝量

GB/T 4702.6 金属铬化学分析方法 EDTA 容量法测定铝量

GB/T 4702.7 金属铬化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铁量

GB/T 4702.8 金属铬化学分析方法 蒸馏-钼蓝分光光度法测定砷量

GB/T 4702.9 金属铬化学分析方法 结晶紫分光光度法测定铈量

GB/T 4702.10 金属铬化学分析方法 铜试剂分光光度法测定铜量

GB/T 4702.11 金属铬化学分析方法 茜素紫分光光度法测定锡量

GB/T 4702.14 金属铬化学分析方法 红外线吸收法测定碳量

GB/T 4702.16 金属铬化学分析方法 红外线吸收法测定硫量

GB/T 4702.17 金属铬化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量

GB/T 13247 铁合金产品粒度的取样和检测方法

## 3 要求

### 3.1 牌号及化学成分

3.1.1 金属铬按铬及杂质含量不同分为 JCr99.2、JCr99-A、JCr99-B、JCr98.5、JCr98 五个牌号,其化学成分应符合表 1 的规定。

3.1.2 需方对化学成分有特殊要求时,可由供需双方另行商定。

表 1

牌号	化学成分(质量分数)/%																
	Cr	Fe	Si	Al	Cu	C	S	P	Pb	Sn	Sb	Bi	As	N		H	O
	不小于					不大于											
JCr99.2	99.2	0.25	0.25	0.10	0.003	0.01	0.01	0.005	0.000 5	0.000 5	0.000 8	0.000 5	0.001	0.01	0.005	0.20	
JCr99-A	99.0	0.30	0.25	0.30	0.005	0.01	0.01	0.005	0.000 5	0.001	0.001	0.000 5	0.001	0.02	0.03	0.005	0.30
JCr99-B	99.0	0.40	0.30	0.30	0.01	0.02	0.02	0.01	0.000 5	0.001	0.001	0.001	0.001	0.05	0.01	0.50	
JCr98.5	98.5	0.50	0.40	0.50	0.01	0.03	0.02	0.01	0.000 5	0.001	0.001	0.001	0.001	0.05	0.01	0.50	
JCr98	98.0	0.80	0.40	0.80	0.02	0.03	0.03	0.01	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	—	—	—	

铬的质量分数为 99.9% 减去表中杂质实测值总和后的余量,其他未测杂质元素含量按 0.1% 计。  
注:表中的“—”表示该牌号产品中无该元素要求。

3.2 物理状态

- 3.2.1 金属铬以块状交货,最大块度应通过 150 mm×150 mm 筛孔,通过 10 mm×10 mm 筛孔的量不允许超过该批总量的 10%。
- 3.2.2 需方对粒度有特殊要求时,可由供需双方另行商定。
- 3.2.3 金属铬表面应修整呈现铬金属的本色,断面致密无气孔,应不含有外部混入的杂物。

4 试验方法

4.1 取样与制样

金属铬化学分析用试样的采取和制备按 GB/T 4010 的规定。

4.2 化学分析方法

金属铬的化学分析方法应按表 2 或供需双方协商的方法。

表 2

序号	元素	测定方法
1	Cr	99.9% 减去表 1 中杂质实测值总和后的余量
2	Fe	GB/T 4702.4、GB/T 4702.7
3	Si	GB/T 4702.2
4	Al	GB/T 4702.5、GB/T 4702.6
5	Cu	GB/T 4702.10、附录 C
6	C	GB/T 4702.14
7	S	GB/T 4702.16、GB/T 4702.17
8	P	GB/T 4702.3
9	Pb	附录 F
10	Sn	GB/T 4702.11
11	Sb	GB/T 4702.9
12	Bi	附录 F
13	As	GB/T 4702.8
14	N	附录 D、附录 E
15	H	附录 D
16	O	附录 D

#### 4.3 粒度检查

金属铬粒度检查按 GB/T 13247 的规定。

### 5 检验规则

#### 5.1 质量检查与验收

金属铬的质量检查与验收应符合 GB/T 3650 的规定。

#### 5.2 组批

金属铬应成批交货,每批应以同一炉次或同一牌号的产品组成,不足一个包装件的余量可与同牌号的产品合并。

### 6 包装、储运、标志和质量证明书

#### 6.1 包装

金属铬采用铁桶或集装袋包装,每桶净重分 100 kg、250 kg 两种,每集装袋净重按需方要求在合同中注明。需方对产品的包装如有特殊要求,按合同规定。

#### 6.2 储运、标志和质量证明书

金属铬的储运、标志和质量证明书应符合 GB/T 3650 的规定。需方对产品的储运、标志等如有特殊要求,按合同规定。

附录 A  
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 10387:1994(E)章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 10387:1994(E)章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 10387:1994(E)章条编号对照

本标准章条编号	对应 ISO 10387:1994(E)章条编号
1	1
2	2
—	3
—	4
—	5
3.1	5.2
3.1.1	5.2.1
3.1.2	5.2.2
—	5.2.3
3.2	—
3.2.1	5.3, 5.3.1
3.2.2	5.3.2
3.2.3	5.4
4	6
—	6.1
4.1	6.1.2, 6.2.1, 6.2.2, 6.2.3, 6.2.4, 6.2.5
—	6.1.4
—	6.1.5
—	6.1.3, 6.1.6
5	—
5.1	6.3.1, 6.3.2, 6.3.3
5.2	6.1, 5.1.1, 5.1.2
6	—
6.1	7
6.2	6.1.1, 7
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	—
附录 D	—
附录 E	—
附录 F	—

**附录 B**  
(资料性附录)

**本标准与 ISO 10387:1994(E)技术性差异及其原因**

表 B.1 给出了本标准与 ISO 10387:1994(E)技术性差异及其原因的一览表。

**表 B.1 本标准与 ISO 10387:1994(E)技术性差异及其原因**

本标准的章条编号	技术性差异	原因
1	用“本标准适用于铝热法生产的金属铬。“代替”金属铬通常用于特种合金钢和各种合金”	符合 GB/T 1.1 规定
2	引用了我国标准而非国际标准。GB/T 3650、GB/T 4010、GB/T 4702 和 GB/T 13247 与国际标准一致性程度为“非等效”； 删除 ISO 10387:1994 引用的“ISO 565:1990 试验筛 金属丝网、打孔的金属板和电铸的薄片 开孔的微小尺寸、ISO 3713:1987 铁合金 取样和试样的制备 常规、ISO 8954-1:1990 铁合金 术语 第一部分：材料”	以适应我国引用标准的规定。 ISO 10387:1994 中没有具体给出金属铬化学成分和粒度的测定方法标准,不能满足使用; 本标准引用的 GB/T 13247 中已包含对试验用筛的要求
2	删除 ISO 10387:1994 第 3 章“定义”	GB/T 14984《铁合金术语》标准有“金属铬”定义
2	删除 ISO 10387:1994 第 4 章“订货讯息”	本标准引用了 GB/T 3650《铁合金验收、包装、储运、标志和质量证明书的一般规定》标准,有相应规定
3.1	以本标准“表 1”代替 ISO 10387:1994 “表 1”。 以本标准表 1 的 5 个牌号代替 ISO 10387:1994 表 1 的 5 个牌号; 删除 ISO 10387:1994 表 1 中锌元素指标要求	本标准产品只适用于铝热法。 ISO 10387:1994 产品分电解法、铝热法; 与原标准相同,保持标准的连续性
4.1	以“金属铬化学分析用试样的采取和制备应按 GB/T 4010 进行”代替 ISO 10387:1994 标准 6.1.2 “化学分析的取样按 ISO 3713 或 ISO 12699 所规定方法进行,但也可用其他有相似精度的取样方法”; 删除 ISO 10387:1994 标准 5.2.3“化学组成取决于取样方法和金属铬的分析方法的精确度”; 删除 ISO 10387:1994 标准 6.2“检验”; 删除 ISO 10387:1994 标准 6.1.4“除非另有协议,取样一般在供方的货场进行。假如订货时双方同意,不论在何处取样,双方代表均应到场”	GB/T 4010 标准是参照采用 ISO 4552:1987《铁合金——用于化学分析的取样和制样》;  GB/T 4010 标准中有相应规定; 本标准引用的 GB/T 3650 有相应规定
4.2	以“金属铬的化学分析方法应按表 2 或供需双方协商的方法”代替 ISO 10387:1994 标准 6.1.5“化学分析方法按双方选定的方法进行”	ISO 10387:1994 标准没有给出具体的金属铬分析方法,铅、铋、氮、氢、氧元素测定目前尚无国家标准

表 B.1 (续)

本标准的章条编号	技术性差异	原因
4.3	删除 ISO 10387:1994 标准 5.3.1“规定的粒度参阅‘方孔钢筛上的筛分作业’(见 ISO 565)”； 删除 ISO 10387:1994 标准 6.1.6“筛分方法由双方选定的方法进行”； 增加“金属铬粒度检查应按 GB/T 13247 的规定”	GB/T 13247《铁合金产品粒度的取样和检测方法》有检验用筛、及筛分方法要求
5	增加第 5 章“检验规则”。	符合 GB/T 1.1 规则。
5.1	删除 ISO 10387:1994 标准 6.3“仲裁测试”； 增加“金属铬的质量检查与验收应符合 GB/T 3650 的规定”	GB/T 3650《铁合金验收、包装、储运、标志和质量证明书的一般规定》标准有验收、仲裁要求，符合 GB/T 1.1 规则，适合中国国情
5.2	删除 ISO 10387:1994 标准 5.1“金属铬应按下列两种方法之一交货”；5.1.1“TLM 法：按 TLM 条款的交货含有从一批熔融物或一批阴极沉降物得到的金属铬”；5.1.2“GLM 法：按 GLM 条款的交货含有从若干批熔融物得到的相同牌号的金属铬”；“组成该批货的各熔融物的铬含量应相互相同，偏差绝对值不得大于 4%”； 增加“以同一炉次或同一牌号的产品组成”	保留原组批方法，组批方式向 ISO 标准靠拢
6	以“包装、储运、标志和质量证明书”代替 ISO 10387:1994 标准第 7 章	GB/T 3650《铁合金验收、包装、储运、标志和质量证明书的一般规定》标准有包装要求，适合中国国情



## 附录 C

(资料性附录)

## 电感耦合等离子体发射光谱法测定金属铬中铜含量

## C.1 范围

本附录规定了用电感耦合等离子体发射光谱法测定铜的方法。

本附录适用于金属铬中质量分数为 0.002%~0.040% 的铜的测定。

## C.2 原理

试样以盐酸-硝酸溶解,并稀释至一定体积,将雾化溶液引入电感耦合等离子体发射光谱仪,测定铜元素分析线的发射强度,采用基体匹配消除基体影响。

## C.3 主要试剂

除非另有说明,分析中使用分析纯试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

C.3.1 高纯盐酸( $\rho$  约 1.19 g/mL)。

C.3.2 高纯硝酸( $\rho$  约 1.42 g/mL)。

C.3.3 混合酸 盐酸-硝酸(3+1)。

## C.4 仪器与设备

## C.4.1 仪器

通常的实验室设备及电感耦合等离子体发射光谱仪,按仪器使用要求进行优化满足。

## C.4.2 稳定性

采用校准曲线中最大浓度溶液发射谱线强度 10 次,其相对标准偏差小于 3%。

## C.4.3 曲线的线性

校准曲线的线性通过计算相关系数进行检查,相关系数应大于 0.995。

## C.5 分析线

本方法推荐使用分析线见表 C.1。在使用时应仔细检查谱线的干扰情况。

表 C.1

元素	分析线波长 nm	级次	扣除背景	
			左	右
Cu	324.754	103	4	1

## C.6 测定

## C.6.1 试样

试样应全部通过 1.68 mm 筛孔。

## C.6.2 试样量

称取 0.200 0 g 试样,准确至 0.000 1 g。

## C.6.3 空白试验

称取 0.200 0 g 高纯金属铬标准样品随同试料作空白试验。

**C.6.4 试样溶液的制备**

将试样(C.6.2)置于100 mL烧杯中,沿杯内壁吹少量水,加10 mL硝酸-盐酸混合酸(C.3.3)于低温电炉加热溶解,取下冷却后,移入100 mL容量瓶以水稀释至刻度,混匀。

**C.6.5 校准曲线的绘制**

称取四点不同Cu质量分数的金属铬有证标准样品0.2000 g,按(C.6.4)步骤进行操作;按仪器选定的工作条件,按待测元素的浓度由低到高测量曲线及试样的铜元素谱线强度;以曲线的待测元素质量分数为横坐标,以待测元素强度为纵坐标,绘制校准曲线。

**C.7 结果计算**

整个分析过程由计算机控制,最终结果以质量分数的形式直接显示并打印。

**C.8 允许差**

实验室之间分析结果的差值应不大于表C.2所列的允许差。

表 C.2

铜含量(质量分数)/%	允许差/%
0.002~0.005	0.001
>0.005~0.010	0.002
>0.010~0.040	0.003

## 附录 D (资料性附录)

### 红外线吸收法测定金属铬中氧含量、氢含量 热导法测定金属铬中氮含量

#### D.1 范围

本附录规定了惰性气体熔融后红外线吸收法测定氧量、氢量、热导法测定氮量。

本附录适用于金属铬中氧、氮、氢量的测定。测定范围：氧量 0.050%~0.800%；氮量 0.005%~0.050%；氢量 0.001%~0.050%。

#### D.2 原理

试样在石墨坩埚中，以镍为助溶剂，在氦气流中加热熔融，氧以一氧化碳形式释放，由加热的稀土氧化铜转化为二氧化碳，以红外线检测器接收其能量的变化，测得二氧化碳的浓度；氮和氢为热分解法，氮以氮气形式释放，由热导的变化测得氮气的浓度，氢以红外线吸收法测定水的浓度。用金属铬有证标准样品建立工作曲线。

#### D.3 仪器与设备

氧、氮、氢联测仪及实验室通用设备。

##### D.3.1 试剂和材料

- D.3.1.1 高纯氦气；纯度大于 99.995%。
- D.3.1.2 石墨坩埚；仪器专用内外套坩埚。
- D.3.1.3 碱石棉；粒状。
- D.3.1.4 镍蓝 1 g，用 HAC-HCl(3+1) 在 50℃~60℃ 下洗涤，用无水乙醇冲洗后，风干，备用。
- D.3.1.5 过氧酸镍；粒状。
- D.3.1.6 镍箔；厚度 0.1 mm 用 CCl<sub>4</sub> 擦洗镍箔表面制成 14 mm×14 mm 的箔块并浸泡，用时风干。
- D.3.1.7 坩埚钳。
- D.3.1.8 四氯化碳(分析纯)。
- D.3.1.9 稀土氧化铜。
- D.3.1.10 真空油脂。
- D.3.1.11 氧、氮、氢有证标准样品。

#### D.4 试样

试样应通过 1.68 mm 筛孔。操作中应避免试样氧化和沾污。

#### D.5 分析步骤

##### D.5.1 仪器准备

- D.5.1.1 分析前仪器应处于正常状态。
- D.5.1.2 分析前用氧、氮、氢有证标准样品进行校准，所用标准样品的氧、氮、氢质量分数近似于待测元素的质量分数。

##### D.5.2 试样量

称取 0.020 0 g~0.040 0 g 试样，准确至 0.000 2 g。

**D.5.3 空白试验**

以同分析试样相同的步骤测定空白值,输入 1 g 样量,并反复测定几次使其稳定,其值氧应小于 0.000 5%;氮小于 0.000 2%;氢小于 0.000 1%,将空白值输入仪器,测定时自动扣除。

**D.5.4 测定**

**D.5.4.1** 将试样(D.5.2)用镍箔(D.3.1.6)包好,置于镍蓝(D.3.1.4)内,装入加样器中,在炉内装入石墨坩埚(D.3.1.2)试样在石墨坩埚中加热熔融,测量后弃去坩埚,用专用铜刷清扫进样通道与炉堂,并读取扣除空白值结果。

**D.5.4.2** 按下述条件进行坩埚脱气和试样分析:

- a) 脱气加热功率 5 800 W;
- b) 分析试样的功率 5 500 W;
- c) 分析时间 60 s;
- d) 脱气时间 15 s;
- e) 比较水平 1~3。

**D.5.5 校准曲线的建立**

根据待测试样的氧、氮、氢质量分数选择 4 个基体与试样尽可能相同,质量分数不同的金属铬有证标准样品(待测试样的氧、氮、氢质量分数应落在所选有证标准样品质量分数内)作为标准按 D.5.4 进行测定扣除空白,建立工作曲线。

**D.6 结果计算**

整个过程由计算机控制,最终检测结果以质量分数的形式直接显示并打印。

**D.7 允许差**

实验室之间分析结果的差值应不大于表 D.1 所列的允许差。

**表 D.1**

元素	含量(质量分数)/%	允许差/%
O	0.050~0.100	0.03
	>0.100~0.200	0.05
	>0.200~0.400	0.08
	>0.400~0.800	0.10
N	0.005~0.010	0.004
	>0.010~0.030	0.006
	>0.030~0.050	0.008
H	0.001~0.005	0.001
	>0.005~0.010	0.002
	>0.010~0.050	0.003

附录 E  
(资料性附录)

蒸馏-奈氏试剂光度法测定金属铬中氮含量

E.1 范围

本附录规定了蒸馏-奈氏试剂光度法测定金属铬中氮量方法。

本附录适用于金属铬中氮量的测定,测定范围:0.005%~0.150%。

E.2 方法提要

试样用稀硫酸低温加热溶解,使其化合氮转为铵盐,将冷却的溶液移入蒸馏瓶中,加一定量的氢氧化钠,通水蒸汽,使铵以氨气形式逸出,以硫酸溶液吸收,以奈氏试剂发色,于分光光度计测其吸光度。

E.3 试剂

E.3.1 硫酸溶液(1+1),用时现配。

E.3.2 氢氧化钠溶液(50%):称取 500 g 氢氧化钠溶于适量水中,加入约 0.5 g 锌粒,煮沸 10 min 冷却后用水稀释至 1 000 mL,储存于塑料瓶中。

E.3.3 硫酸吸收液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$ 为 0.04 mol/L。

E.3.4 奈氏试剂:称取氢氧化钠 14.5 g 溶于 80 mL 水中,另外称取碘化钾储于棕色瓶中,放置暗处静止两天后,取其澄清液。

E.3.5 氮标准溶液:称取 0.381 8 g 预先在 110°C 的烘箱内干燥 1 h 的氯化铵(99.9%以上),溶于 100 mL 水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度混匀,此溶液 1 mL 含 0.1 mg 氮,用时再稀释至 10 倍,此溶液 1 mL 含 0.01 mg 氮。

E.4 仪器

E.4.1 蒸馏器。

E.4.2 分光光度计。

E.5 试样

试样应通过 1.68 mm 筛孔。

E.6 分析步骤

E.6.1 蒸馏

分析前加热蒸馏(E.4.1)至无氮,一般蒸至 100 mL 水即视为无氮。

E.6.2 试样量

按表 E.1 称取试样量,准确至 0.000 1 g。

表 E.1

氮含量(质量分数)/%	称样量/g
0.005~0.015	0.500 0
>0.015~0.050	0.200 0
>0.050~0.150	0.100 0

E.6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

E.6.4 测定

E.6.4.1 称取试样(E.6.2)于100 mL三角瓶中,加20 mL硫酸溶液(E.3.1)于低温电炉加热至试样完全溶解。

E.6.4.2 将冷却的试液(E.6.4.1)移入蒸馏瓶中(E.6.1),先通冷却水,将内加5 mL硫酸溶液(E.3.3)的100 mL容量瓶置于冷却器下端,使之插入溶液中,加入20 mL氢氧化钠(E.3.2)于蒸馏中(E.6.1),洗净漏斗,关闭活塞,通入蒸汽。

E.6.4.3 控制蒸馏速度,25 min 体积为90 mL,取下加入4.0 mL奈氏试剂(E.3.4),以水稀释至刻度,混匀,静置15 min。

E.6.4.4 于722型分光光度计,波长440 nm处。以3 cm比色皿,以空白液为参比测其吸光度,从工作曲线上查得其氮量。

E.6.5 工作曲线的绘制

移取0、3.00 mL、6.00 mL、9.00 mL、12.00 mL氮标准溶液(E.3.5)于一组100 mL容量瓶中,加5 mL硫酸溶液(E.3.3)加水至约90 mL,加4.0 mL奈氏试剂(E.3.4)以水稀释至刻度,混匀,静置15 min。以下同E.6.4.4进行测定,以氮量为横坐标,以吸光度为纵坐标,建立工作曲线。

E.7 分析结果的计算

按公式(E.1)计算氮的质量分数  $w(N)$  :

$$w(N)(\%) = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(E.1)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的氮量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样量,单位为克(g)。

分析结果表示到小数点后四位。

E.8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表E.2所列的允许差。

表 E.2

氮含量(质量分数)/%	允许差/%
0.005~0.015	0.004
>0.015~0.050	0.006
>0.050~0.150	0.008

## 附录 F

(资料性附录)

## 电感耦合等离子体质谱法测定金属铬中铅、铋含量

## F.1 范围

本附录规定了用电感耦合等离子体质谱法测定铅、铋含量的方法。

本附录适用于金属铬中铅、铋的测定,测定范围:铅 0.000 1%~0.005%;铋 0.000 1%~0.005%。

## F.2 原理

试样以稀硫酸低温溶解,同时添加内标元素铟(In)以校正仪器信号的漂移并消除基体效应的影响,载气雾化后进入中心炬管,在等离子体的作用下电离得到一系列离子,根据离子质核比的不同,对其中待测元素的离子进行分离、检测,得到待测元素的离子强度。

## F.3 试剂

分析试验所用水为二次蒸馏水(电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ )或相当纯度的水,所用分析试剂采用 Mos 级或高纯试剂。

F.3.1 高纯硫酸( $\rho 1.84 \text{ g/mL}$ )。

F.3.2 高纯硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )。

F.3.3 铟(In)内标溶液,0.003  $\mu\text{g}/1 \text{ mL}$

F.3.3.1 铟内标储备溶液,0.1 mg/mL

准确称取铟丝(光谱纯)0.100 0 g 于 200 mL 烧杯中加入 10 mL(1+1)高纯盐酸加热溶解,冷却,用氨水中和至有明显氨味,并过量 10 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。则此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铟。

F.3.3.2 铟内标溶液,1  $\mu\text{g}/\text{mL}$

移取 1.00 mL 铟内标储备溶液(F.3.3.1)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。则此溶液 1 mL 含 1  $\mu\text{g}$  铟。

F.3.3.3 移取 3.00 mL 铟内标储备液(F.3.3.2)于 1 000 mL 容量瓶中加入 20 mL 高纯硝酸(F.3.2),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.003  $\mu\text{g}$  铟(相当于 3 ppb)。

F.3.4 铅、铋储备溶液,0.1 mg/mL

准确称取纯度为 99.99%的铅箔和光谱纯金属铋各 0.100 0 g,分别置于两个 400 mL 的烧杯中,各加入 30 mL(1+1)高纯硝酸(F.3.2),加微热溶解,待其全溶后混合一起,再加入 100 mL 高纯硝酸(F.3.2),保持酸度冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。则此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铅、0.1 mg 铋。

F.3.5 铅、铋储备溶液,1  $\mu\text{g}/\text{mL}$

准确移取铅、铋标液(F.3.4)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。则此溶液 1 mL 含 1  $\mu\text{g}$  铅、1  $\mu\text{g}$  铋。

## F.4 仪器及工作条件

F.4.1 电感耦合等离子体质谱仪,配备雾化进样系统,仪器优化后应满足:

F.4.1.1 铟内标溶液(F.3.3.3)的强度值应为:(30 000~50 000)。

F.4.1.2 连续测定 0.003  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的铟标准溶液 10 次的相对标准偏差(RSD)小于 3%。

## F.5 分析步骤

## F.5.1 试样

试样应通过 1.68 mm 筛孔。

## F.5.2 空白试验

随同试样作空白试验。

## F.5.3 试样量

称取 0.100 0 g 试样,准确至 0.000 1 g。

## F.5.4 测定

## F.5.4.1 样品消解

将试样(F.5.3)置于 100 mL 烧杯中,沿杯内壁吹约 20 mL 水,缓慢加入 5 mL 高纯硫酸(F.3.1),在低温电炉上加热溶解,待溶解完全后取下冷却,移入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

## F.5.4.2 工作曲线的绘制

移取 0.00、0.20 mL、0.30 mL、0.50 mL、1.00 mL 混合标准溶液(F.3.5)分别于 200 mL 容量瓶中,加入 2 mL~3 mL 高纯硝酸(F.3.2),以水稀释至刻度,混匀。测量标准溶液强度,减去零浓度标准溶液的强度,以待测元素的浓度为横坐标,待测元素强度为纵坐标绘制工作曲线。

## F.5.4.3 测量

F.5.4.3.1 调节仪器最佳化:待仪器稳定后,用铋内标溶液(F.3.3)调节仪器的雾化气压、炬箱位置、扩散区提取电压、离子镜、四、六极杆电压使其 RSD 最小,信号最强,稳定 10 min,开始测量。

F.5.4.3.2 选择待测元素的分析质量数,待测元素的分析质量数见表 F.1,选铋(115)作为内标元素,按照编制好的分析程序测量试液(F.5.4.1)中待测元素信号强度,减去空白试验溶液(F.5.2)的强度,由工作曲线查得待测元素的质量分数。

表 F.1

元 素	质 量 数
Pb	206 Pb,207 Pb,208 Pb
Bi	209 Bi

## F.6 结果计算

整个分析过程由计算机控制,最终检测结果以质量分数的形式直接显示并打印。

## F.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 F.2 所列的允许差。

表 F.2

分析元素	含量(质量分数)/%	允许差/%
Pb	0.000 1~0.001	0.000 2
	>0.001~0.005	0.001
Bi	0.000 1~0.001	0.000 2
	>0.001~0.005	0.001