

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 28908—2012

## 高 纯 金 属 铬

High-purity chromium metal

2012-11-05 发布

2013-05-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本标准主要起草单位:辽宁沈宏集团股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:王萍、商凯东、陈自斌、董帅、安冬青、孙野、孙胜明。

# 高 纯 金 属 铬

## 1 范围

本标准规定了高纯金属铬的要求、试验方法、检验规则、包装、储运、标志和质量证明书。本标准适用于经过碳还原和氢还原生产的高纯金属铬。

## 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 3211—2008 金属铬

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 4702.3 金属铬化学分析方法 钼蓝光度法测定磷量

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锑量

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 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法

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 高纯金属铬按其生产工艺不同分氢还原高纯金属铬(GHCr 系列)和碳还原高纯金属铬(GCCr 系列)。其中氢还原高纯金属铬(GHCr 系列)根据铬及杂质含量不同分为 GHCr-1、GHCr-2 两个牌号；碳还原高纯金属铬(GCCr 系列)分为 GCCr-1、GCCr-2、GCCr-3、GCCr-4 四个牌号，其化学成分应分别符合表 1 和表 2 的规定。

牌号中 G 表示高纯；

C 表示碳还原；

H 表示氢还原；

Cr 表示金属铬。

表 1 氢还原高纯金属铬

牌号	化学成分/%(质量分数)										
	Cr	Fe	Al	Si	S	P	C	N	O	Pb	Cu
	不小于	不大于									
GHCr-1	99.99	0.003	0.003	0.002	0.003	0.0015	0.012	0.002	0.01	0.0002	0.0003
GHCr-2	99.95	0.01	0.01	0.005	0.005	0.003	0.020	0.003	0.02	0.0005	0.0005

注：铬的质量分数为 100% 减去 Fe、Si、Al、Cu、P、Pb 六个杂质实测值总和后的余量。

表 2 碳还原高纯金属铬

牌号	化学成分/%(质量分数)									
	Cr	Fe	Al	Si	S	P	C	N	O	Pb
	不小于	不大于								
GCCr-1	99.80	0.05	0.010	0.02	0.004	0.004	0.012	0.002	0.04	0.000 5
GCCr-2	99.70	0.10	0.015	0.03	0.004	0.004	0.030	0.003	0.05	0.000 5
GCCr-3	99.70	0.15	0.020	0.05	0.005	0.005	0.030	0.005	0.05	0.000 5
GCCr-4	99.50	0.15	0.10	0.10	0.006	0.005	0.045	0.007	0.10	0.000 5

牌号	化学成分/%(质量分数)							
	Sn	Sb	Bi	As	Cu	Zn	Mn	Ni
	不 大 于							
GCCr-1	0.000 5	0.000 3	0.000 05	0.000 5	0.001	0.000 5	0.000 5	0.003
GCCr-2	0.001 0	0.000 3	0.000 1	0.000 5	0.001	0.000 5	0.000 5	0.004
GCCr-3	0.001 5	0.000 5	0.000 1	0.000 5	0.001	0.000 5	0.001	0.005
GCCr-4	0.002 0	0.000 5	0.000 1	0.001	0.001	0.000 5	0.001	0.005

注：铬的质量分数为 99.99% 减去表中杂质实测值总和后的余量。

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。

### 3.2 物理状态

3.2.1 碳还原高纯金属铬以块状交货，一般为  $\phi(30\pm 5)\text{mm} \times (15\pm 5)\text{mm}$ ，半块以下粒度不超过该批总量的 3%；氢还原高纯金属铬以不规则片状交货。

3.2.2 需方对粒度有特殊要求时，可由供需双方另行商定。

## 4 试验方法

### 4.1 取样与制样

#### 4.1.1 取样

高纯金属铬化学分析用试样的采取按 GB/T 4010 的规定。

#### 4.1.2 制样

高纯金属铬化学分析用试样采用不锈钢用具(18-8型)破碎至小于 5 mm 后，在碳化钨研钵中研磨，时间不大于 10 s，研磨后试样粒度不大于 1.6 mm，混匀，然后缩分。用于化学分析的每个试验样的重量不应小于 50 g。

### 4.2 化学分析方法

高纯金属铬的化学分析方法应按表 3 规定或供需双方协商的方法进行。

表 3 化学分析方法

序号	元素	化学分析方法
1	Cr	差减法
2	Fe	附录 A
3	Si	附录 A
4	Al	附录 A
5	Cu	附录 A
6	C	GB/T 4702.14
7	S	GB/T 4702.16
8	P	GB/T 4702.3
9	Pb	GB/T 3211—2008 附录 F
10	Sn	GB/T 4702.11
11	Sb	GB/T 4702.9
12	Bi	GB/T 3211—2008 附录 F
13	As	GB/T 4702.8
14	N	附录 B
15	O	附录 B
16	Zn	附录 A
17	Mn	附录 A
18	Ni	附录 A

#### 4.3 粒度检查

高纯金属铬粒度检查按 GB/T 13247 的规定。

### 5 检验规则

#### 5.1 质量检查与验收

高纯金属铬的质量检查与验收应符合 GB/T 3650 的规定。

#### 5.2 组批

高纯金属铬成批交货,每批以同一牌号的产品组成。

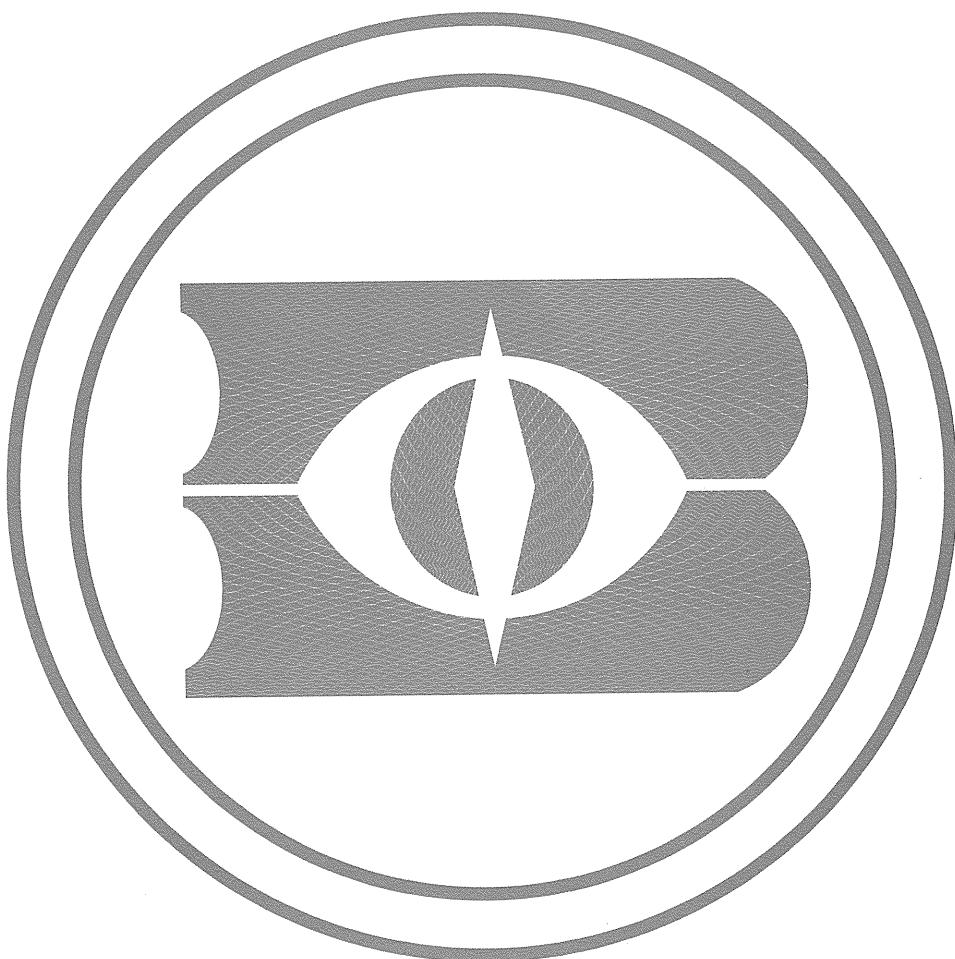
### 6 包装、储运、标志和质量证明书

#### 6.1 包装

高纯金属铬采用铁桶包装,内衬塑料袋或内衬真空铝塑袋,每桶净重分 100 kg 和 250 kg 两种,不应使用含铅油漆。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

高纯金属铬的储运、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  
(规范性附录)

电感耦合等离子体光谱法测定高纯金属铬中铁、铝、硅、铜、锰、镍和锌含量

### A.1 范围

本附录规定了用电感耦合等离子体光谱法测定高纯金属铬中铁、铝、硅、铜、锰、镍和锌含量。

本附录适用于高纯金属铬中铁、铝、硅、铜、锰、镍和锌量的测定。测定范围:Fe:0.002%~0.20%; Al:0.002%~0.10%; Si:0.001%~0.20%; Cu:0.000 2%~0.05%; Mn:0.000 3%~0.05%; Ni:0.001%~0.01%; Zn:0.000 3%~0.01%。

### A.2 原理

试样以盐酸-硝酸分解,在一定酸度下,溶液由载气(氩)带入雾化系统进行雾化后,以气溶胶形式进入等离子体的轴向通道,在高温和惰性气氛中被充分蒸发、原子化、电离和激发,发射出所含元素的特征谱线。根据特征谱线强度确定样品中相应元素的含量。

### A.3 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。

A.3.1 盐酸,1+1,优级纯。

A.3.2 硝酸, $\rho$ 1.42 g/mL,优级纯。

A.3.3 氩气 99.99%。

A.3.4 标准溶液

A.3.4.1 铁标准溶液:称取1.000 0 g 纯铁(99.99%)于300 mL烧杯中,沿杯壁吹少量水,加50 mL盐酸(A.3.1)于电炉上加热至全部溶解,加20 mL硝酸(A.3.2)加热煮沸驱尽氮氧化物,取下,冷却至室温,移入1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度混均,此溶液1.00 mL含1.00 mg铁。

A.3.4.2 硅标准溶液:称取0.213 9 g 预先在1 000 ℃马弗炉中烧1 h高纯二氧化硅,置于铂坩埚中,加入2 g~3 g 无水碳酸钠,混匀。于850 ℃~900 ℃马弗炉中熔融5 min~7 min,取出冷却,置于400 mL聚四氟乙烯烧杯中,加入200 mL热水,加热溶解,取下用水洗净坩埚,冷却至室温,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即移入聚乙烯瓶中保存。此溶液1.00 mL含1.00 mg硅。

A.3.4.3 铝标准溶液:称取1.000 0 g 金属铝片(99.99%)于400 mL烧杯中,加30 mL氢氧化钠溶液(25%)。完全溶解后加入100 mL水,用盐酸中和氢氧化钠,再过量20 mL,煮至澄清,冷却至室温,移入1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1.00 mL含1.00 mg铝。

A.3.4.4 铜标准溶液:称取1.000 0 g 纯铜(99.99%)于250 mL烧杯中,加20 mL硝酸(1+1)盖上表皿,低温加热溶解,完全溶解后取下,冷却至室温,移入1 000 mL容量瓶中,用1%的硝酸稀释至刻度,混匀。此溶液1.00 mL含1.00 mg铜。

A.3.4.5 锌标准溶液:称取1.244 0 g 氧化锌(99.99%)于200 mL烧杯中,加100 mL水及1 mL硫酸,盖上表皿,低温加热溶解,完全溶解后取下,冷却至室温,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1.00 mL含1.00 mg锌。

A.3.4.6 锰标准溶液:称取1.000 0 g 金属锰(99.99%)于200 mL烧杯中,加20 mL硝酸(1+1),盖

上表Ⅲ, 加热溶解, 煮沸驱尽氮氧化物, 取下冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1.00 mL 含 1.00 mg 锰。

A.3.4.7 镍标准溶液: 称取 1.000 0 g 纯镍(99.99%)于 200 mL 烧杯中, 加 20 mL 硝酸(1+1), 盖上表面皿, 加热溶解后冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1.00 mL 含 1.00 mg 镍。

## A.4 仪器及工作条件

### A.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。

### A.4.2 稳定性

#### A.4.2.1 仪器的试剂分辨率

计算每条使用的分析线的宽带, 带宽应小于 0.030 nm。

#### A.4.2.2 仪器的短期稳定性

测定 11 次标液中, 各元素的净光强, 计算其标准偏差, 相对标准偏差应小于 1.0%。

#### A.4.2.3 仪器的长期稳定性

将标液每隔 10 s 测定一次, 共计 11 次, 计算各元素净光强的标准偏差, 其相对标准偏差应小于 1.2%。

### A.4.3 校准曲线的线性

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。

## A.5 分析谱线

表 A.1 列出的为推荐的分析线谱线, 这些谱线不受基体明显干扰。本方法不对分析谱线做出限制性的规定, 也可采用其他分析谱线。在采用这些谱线(包括推荐分析谱线)之前, 应仔细评价光谱干扰、背景和离子化, 如果不能满足建议的性能参数, 表明可能有干扰。

表 A.1 分析谱线

元素	分析线波长	可能的干扰谱线/nm	元素	分析线波长	可能的干扰谱线/nm
Fe	259.940	—	Si	251.611	Zn251.581
Fe	238.204	—	Si	212.412	—
Al	308.215	—	Cu	327.396	Ni224.723
Al	396.152	—	Mn	257.610	—
Zn	213.856	Cu213.853	Ni	231.604	—

## A.6 分析步骤

### A.6.1 试样

试样应全部通过 1.6 mm 筛孔。

### A.6.2 试样量

称取 1.000 0 g 试样,精确至 0.000 2 g。

### A.6.3 测定

#### A.6.3.1 试样溶液的制备

将试样(A.6.2)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中,沿杯壁吹少量水,加 40 mL 盐酸(A.3.1)于低温电炉加热溶解,待大部分试样溶解后加入 2 mL 硝酸(A.3.2),待试样全部溶解后取下冷却,过滤于 200 mL 塑料容量瓶中,用 2% 热盐酸洗液洗涤烧杯和滤纸并稀至刻度,混匀。此溶液用于 Fe、Al、Si、Cu、Mn、Ni、Zn 的测定。

#### A.6.3.2 校准曲线的绘制

称取五份 1.00 g 已知含量的金属铬标准物质,置于 300 mL 塑料烧杯中,与试样一同处理后分别加入相应元素标准溶液,绘制校准曲线,曲线含量见表 A.2。

表 A.2 校准曲线系列浓度

元素	Fe	Al	Si	Cu	Mn	Ni	Zn
浓度 1	0.000 16	0.000 16	0.000 15	0.000 04	0.000 14	0.000 08	0
浓度 2	0.001 16	0.001 16	0.001 15	0.001 04	0.001 14	0.001 08	0.001 0
浓度 3	0.010 16	0.010 16	0.010 15	0.010 04	0.010 14	0.010 08	0.010
浓度 4	0.100 16	0.100 16	0.100 15	0.100 04	0.100 14	0.100 08	0.100
浓度 6	0.300 16	0.300 16	0.300 15	0.300 04	0.300 14	0.300 08	0.300

#### A.6.3.3 空白试验

称取金属铬标准物质做空白试验。

#### A.6.3.4 分析前准备

A.6.3.4.1 按仪器说明书打开电源、打开氩气减压阀、打开计算机,30 min 后打开循环水、排风,检查仪器状态。

A.6.3.4.2 压好蠕动泵,将进样管放入蒸馏水中,开始“点火”,10 min 后开始工作。

A.6.3.4.3 将试样名称、编号输入仪器中,将试样瓶置于平台上,插入进样管,点击方法开始分析,每个试样至少进行 2 次独立分析。计算机直接显示被测元素含量。

A.6.3.4.4 测试完毕将进样管放入蒸馏水中,10 min 后熄火,将进样管拿出水中,松开蠕动泵,关闭循环水、排风、计算机、打印机,15 min 后关闭气源。

### A.7 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。

### A.8 允许差

实验者之间分析结果的差值不大于表 A.3 所列允许差。

表 A.3 允许差

% (质量分数)

元素	含量	允许差
Fe	0.002 0~0.005 0	0.001 0
	>0.005 0~0.010	0.003
	>0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.10	0.02
	>0.10~0.20	0.03
Si	0.001 0~0.005 0	0.000 5
	>0.005 0~0.010	0.002
	>0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.10	0.02
	>0.10~0.20	0.03
Al	0.002 0~0.005 0	0.001 0
	>0.005 0~0.010	0.002
	>0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.10	0.02
	>0.10~0.20	0.03
Cu、Mn、Zn、Ni	0.000 2~0.000 5	0.000 1
	>0.000 5~0.001 0	0.000 3
	>0.001 0~0.005 0	0.000 5
	>0.005 0~0.050	0.002

附录 B  
(规范性附录)  
红外线吸收法测定高纯金属铬中氧、氮含量

### B.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含量;热导法测定氮含量。

本附录适用于高纯金属铬中氧、氮含量的测定。测定范围:氧 0.005%~0.200%、氮 0.001%~0.05%。

### B.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,二氧化碳吸收某特定波长的红外能,以红外线检测器接收其能量的变化,测得二氧化碳浓度;氮为热分解法,氮以氮气形势释放,由热导的变化测定氮气的浓度。用有证标准样品建立校准曲线。

### B.3 试剂及材料

- B.3.1 过氯酸镁,粒状。
- B.3.2 碱石棉,粒状。
- B.3.3 镍篮,用冰醋酸-盐酸(3+1)在 50 °C~60 °C下洗涤,用无水乙醇冲洗后,风干,备用。
- B.3.4 镍箔,厚度 0.1 mm 用四氯化碳擦洗表面,制成 14 mm×14 mm 的箔块并浸泡,用时风干。
- B.3.5 坩埚钳。
- B.3.6 四氯化碳(优级纯)。
- B.3.7 稀土氧化铜。
- B.3.8 真空油脂。
- B.3.9 氮气,纯度 99.99%。
- B.3.10 动力气,纯度大于 99.9% 的氩气。
- B.3.11 石墨坩埚,纯度 99.99%。

### B.4 仪器与设备

氧氮联测仪及实验室通用设备。

### B.5 试样

试样通过 1.6 mm 筛孔。

### B.6 分析步骤

#### B.6.1 仪器准备

- B.6.1.1 分析前仪器应处于正常状态。

**B. 6. 1. 2** 分析前用有证标准样品进行仪器校准。**B. 6. 2 试样量**

称取 0.100 0 g 试样,准确至 0.000 2 g。

**B. 6. 3 空白试验**

按 B. 6. 4 步骤测定空白值,其值氧应小于 0.000 5%;氮小于 0.000 2%。将空白值输入仪器,测定时自动扣除。

**B. 6. 4 测定**

**B. 6. 4. 1** 按仪器说明书,根据待测试样的氧、氮含量范围,选择最佳分析条件。

**B. 6. 4. 2** 将试样(B. 6. 2)用镍箔(B. 3. 4)包好,置于镍篮(B. 3. 3)内,装入加样器中,在炉内装入石墨坩埚(B. 3. 11)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。

**B. 6. 4. 3** 推荐按下述条件进行脱气和试样分析:

- a) 脱气和加热功率 4 800 W;
- b) 分析试样功率 4 800 W;
- c) 分析时间 60 s;
- d) 脱气时间 30 s。

**B. 6. 5 标准曲线的建立**

根据待测试样的氧、氮质量分数选择 3 个~4 个基体与试样尽可能相同,质量分数不同的标准样品,按 6. 4 进行测定扣除空白,建立校准曲线。

**B. 6. 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。

**B. 7 允许差**

实验室之间分析结果的差值应不大于表 B. 1 所列的允许差。

表 B. 1 允许差 (质量分数)%

氧含量	允许差
0.005~0.010	0.005
>0.010~0.050	0.010
>0.050~0.10	0.03
>0.10~0.20	0.04
>0.20~0.40	0.06
>0.40~0.80	0.08
氮含量	允许差
0.001~0.005	0.001
>0.005~0.020	0.004
>0.020~0.050	0.006

中华人民共和国

国家标准

高纯金属铬

GB/T 28908—2012

\*

中国标准出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 1 字数 21 千字

2013年3月第一版 2013年3月第一次印刷

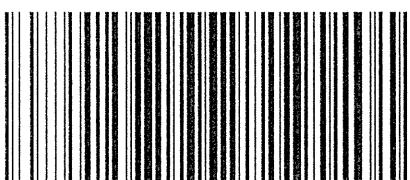
\*

书号: 155066·1-46027

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)68510107



GB/T 28908-2012