钴铬钨系合金粉末化学分析方法

第2部分：铬含量的测定

硫酸亚铁铵滴定法

编制说明

（讨论稿）

广东省科学院工业分析检测中心

二O二0年八月

钴铬钨系合金粉末化学分析方法

第2部分：铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

编制说明

1 任务来源

根据工业和信息化部标准计划项目（2018-2042T-YS~2018-2049T-YS）的安排要求，全国有色金属标准化技术委员会于2019年5月28日~30日在新疆乌鲁木齐组织召开了《钴铬钨系合金粉末化学分析方法》系列标准（共8个部分）的任务落实会，会上确定了各部分的负责起草单位、验证单位及工作进度安排。广东省科学院工业分析检测中心承担《钴铬钨系合金粉末化学分析方法第2部分铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法》起草任务，中金岭南有色金属股份有限公司、广西分析测试研究中心、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、北矿新材料科技有限公司、清远佳致新材料研究院有限公司等单位协助起草，项目计划编号：2018-2043T-YS,完成年限2020年。

2 承担单位情况

广东省科学院工业分析检测中心是我国从事金属材料、冶金产品、化工产品、再生资源质量检测、欧盟环保（RoHS）指令的有害物质检测、金属材料综合利用检测与咨询、评价以及分析测试技术研究的专业机构。先后隶属于广州有色金属研究院、广东省工业技术研究院（广州有色金属研究院），2015年12月经广东省机构编制委员会批准成为广东省科学院属下的独立二级事业法人单位。中心拥有电子探针、透射电镜等300余台套仪器设备。实验室面积约4000平方米。中心近十年来获得省部级科技进步奖20项。累计申请专利15件。承担国家、省级各类项目50余项，主持和参与国家、行业标准200余项，发表专著5部，发表论文300余篇。

该单位为本标准的主编单位，负责该标准项目的调研、资料收集和制定试验方案，负责具体的试验，技术参数的确定以及标准资料的编写、上报等工作。

3 工作过程

3.1进度安排

1、2019年6月~7月，组建《钴铬钨系合金粉末化学分析方法》起草小组，落实标准起草小组组长及成员的任务、收集标准用样品；

2、2019年8月~2020年5月，完成相应的分析方法研究内容，形成相应的征求意见稿、研究报告、征求意见表等，

3、2020年6月，将相应分析方法标准文本、研究报告、验证样品分别寄往各验证单位（一验单位要验证全部条件试验；二验单位只做精密度试验）；

4、2020年8月，标准讨论会；

5、2020年月，标准预审会；

6、2020年月，标准审定会。

由于新型冠状病毒肺炎疫情的影响，各项工作进度延后。

3.2 实验部分

实验部分见附件1：试验报告

4 标准编写原则和编写格式

本标准是根据GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》和GB/T20001.4-2001《标准编写规则第4部分：化学分析方法》的要求进行编写的。编制本标准的目的是以能满足《钴铬钨系合金粉末化学分析方法第2部分铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法》准确快速测定要求为基础。编制本标准的原则是准确、具有一定的先进性和操作简单性。根据国情制订技术规范并力求与国外先进技术接轨。

5 标准编写的目的和意义

钴铬钨（CoCrW）合金粉末具有优异的耐磨粒磨损、耐冲蚀磨损、耐高温磨损、抗高温氧化和热疲劳等综合性能，该系列合金粉末材料在各种装备部件的表面强化和修复方面具有广泛的用途，是一种重要的高性能涂层材料，可用于火焰喷涂、等离子喷涂、等离子喷焊等。已广泛应用于机车柴油机、核电站阀门、船舶柴油机及各种航空器上。

钴铬钨（CoCrW）合金粉末主要是采用在钴铬钨（CoCrW）合金中添加一定含量的碳，使碳在合金中形成WC、W2C、M6C(Co3W3C•Co2W4C)等碳化物硬质相，这些硬质相均匀分布在合金基体中，从而获得很好的耐磨性能；增加碳的含量，可增加涂层的硬度，但同时也会降低韧性，因此可根据涂层的用途来增减碳含量，碳含量一般在1%左右。为了改善涂层的韧性，在合金中添加一定含量的Ni、Fe等合金元素。为了增加合金的流动性和抗高温氧化性，在合金中加入少量的（1%左右）Mn和Si元素。无论是在生产该合金粉末还是以该合金粉末作为原材料在选取过程中，对各元素的含量要求十分严格。钴铬钨合金粉末中铬的测定并没有现行的方法，因此亟需制定钴铬钨（CoCrW）系合金粉末中铬的测定方法。

本标准采用硫酸亚铁铵滴定法来测定钴铬钨合金粉末中铬含量，方法快速，准确度高。

6 国内外有关工作情况

国内外尚未查询到已发布的钴铬钨系合金粉末中铬含量的分析检测标准。 采用微波消解硫酸亚铁铵滴定法测定方法快速，准确度高，本标准选择硫酸亚铁铵滴定法来测定钴铬钨系合金粉末中铬含量。

7 标准适用范围

本部分适用于钴铬钨系合金粉末中铬含量的测定。测定范围：Cr20.00%~35.00% 。

**8 标准制订的主要内容与依据**

见附件1：试验报告

**9 协同试验**

**9.1 精密度试验**

根据国家标准GB/T 6379.2-2004确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法（ISO 5725-2：1994，IDT）的规定，对收到的全部数据进行统计分析。原始数据及统计结果见附件2。

9.2 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，在以下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*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表1数据采用线性内插法或外延法求得：

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCr*/ % |  |  |  |  |
| *r*/ % |  |  |  |  |

9.3 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，在以下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*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得：

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *WCr*/ % |  |  |  |  |
| *R*/ % |  |  |  |  |

**10 标准征求意见稿意见汇总与处理**

在协同试验和标准预审过程中，征求的意见以及对意见的分析处理，详见《意见汇总表》。

**11 标准水平分析**

本标准在技术内容、文本结构上与相应的国内标准等同

**12 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系**

本标准符合相关现行法律、法规和强制性国家标准，没有冲突。

**13 重大分歧意见的处理经过和依据**

无。

**14 贯彻标准的要求和措施建议**

建议颁布本标准为推荐性行业标准，供相关组织参考采用。

**15 废止现行有关标准的建议**

无。

**16 其他应予说明的事项**

本标准遵守下列基础标准：

GB/T 1.1标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写规则

GB/T 20001标准编写规则第4部分：化学分析方法

GB/T 17433冶金产品化学分析基础术语

GB/T 11792测试方法的精密度在重现性或再现性条件下所得测试结果可接受的检查和最终测试结果的确定。

**附件1：试验报告**

1 前言

根据工业和信息化部标准计划项目（2018-2042T-YS~2018-2049T-YS）的安排要求，2019年5月全国有色金属标准化技术委员会召开任务落实会议，我中心承担《钴铬钨系合金粉末化学分析方法第2部分铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法》起草任务。

钴铬钨（CoCrW）合金粉末具有优异的耐磨粒磨损、耐冲蚀磨损、耐高温磨损、抗高温氧化和热疲劳等综合性能，该系列合金粉末材料在各种装备部件的表面强化和修复方面具有广泛的用途，是一种重要的高性能涂层材料，可用于火焰喷涂、等离子喷涂、等离子喷焊等。已广泛应用于机车柴油机、核电站阀门、船舶柴油机及各种航空器上。

钴铬钨（CoCrW）合金粉末主要是采用在钴铬钨（CoCrW）合金中添加一定含量的碳，使碳在合金中形成WC、W2C、M6C(Co3W3C•Co2W4C)等碳化物硬质相，这些硬质相均匀分布在合金基体中，从而获得很好的耐磨性能；增加碳的含量，可增加涂层的硬度，但同时也会降低韧性，因此可根据涂层的用途来增减碳含量，碳含量一般在1%左右。为了改善涂层的韧性，在合金中添加一定含量的Ni、Fe等合金元素。为了增加合金的流动性和抗高温氧化性，在合金中加入少量的（1%左右）Mn和Si元素。钴铬钨合金粉末中铬的测定并没有现行的方法，因此需制定钴铬钨（CoCrW）系合金粉末中铬的测定方法。

采用硫酸亚铁铵滴定法测定钴铬钨合金粉末中的铬含量，方法快速，准确度高。

2实验部分

2.1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。

2.1.1 盐酸（ρ1.19g/mL）。

2.1.2硝酸（ρ1.42g/mL）。

2.1.3氢氟酸（ρ1.14g/mL）。

2.1.4磷酸（ρ1.66g/mL）。

2.1.5硫酸(5+95)。

2.1.6硫酸(1+1)。

2.1.7硝酸银溶液（10g/L）：称取1.0g硝酸银溶于100mL水中，滴加数滴硝酸，贮存于棕色瓶中。

2.1.8过硫酸铵溶液（200 g/L）：用前配制。

2.1.9氯化钠溶液（50 g/L）。

2.1.10硫酸锰溶液（20 g/L）。

2.1.11铬标准溶液：称取5.6578g预先经150℃烘1h后，置于干燥器中冷却至室温的重铬酸钾基准试剂于烧杯中，用水溶解，移入1L容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含2.00mg铬。

2.1.12 硫酸亚铁铵标准滴定溶液（≈0.05mol/L）

2.1.12.1 配制：称取19g硫酸亚铁铵溶于硫酸(1.1.5)中，并用硫酸（1.1.5)稀释至1L，混匀，此溶液浓度约为0.05mol/L。

2.1.12.2标定：先加20mL硫酸(1.1.6)和10mL磷酸(1.1.4)于3个500mL锥形瓶中，加热蒸发至冒硫酸烟，稍冷，加水50mL，冷却至室温，分别移取铬标准溶液（1.1.11）15.00mL，用水稀释至200mL，加3滴N-苯代邻氨基苯甲酸指示剂（1.1.13），用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液由玫瑰红色变为亮绿色为终点，记下所消耗的体积。再加相同量的铬标准溶液，再用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液由玫瑰红色转变为亮绿色为终点。两者消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的差值，即为3滴苯代邻氨基苯甲酸溶液的校正值。将此值加入滴定所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积中(mL)再进行计算。3份铬标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积(mL)的极差值，不超过0.05 mL，取其平均值。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度以*C*计，数值以mol/L表示，按公式（1）计算：

 ……………………………………………（1）

式中：

*ρ*——铬标准溶液的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL);

*V*——移取铬标准溶液的毫升数，单位为毫升(mL)；

*V1*——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积(包括指示剂校正值)的平均值，单位为

毫升(mL)；

*M*——铬的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），数值为52.00。

2.1.13 苯代邻氨基苯甲酸溶液（2 g/L）：称取0.2g苯代邻氨基苯甲酸置于200mL烧杯中，加0.2g无水碳酸钠，加20mL水加热溶解，用水稀释至100mL，混匀。

2.2 仪器和设备

1.2.1Mars6型微波消解仪（美国CEM公司）。

2.3 分析步骤

2.3.1试料

称取试样0.10g，精确至0.0001g。

2.3.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

2.3.3 空白试验

随同试料做空白实验。

2.3.4 测定

2.3.4.1试料的分解

将试料（1.3.1）置于消解罐内胆中，加入10mL盐酸（1.1.1）,3mL硝酸（1.1.2）和2mL氢氟酸（1.1.3），装入高压消解罐中，再放入微波消解仪，加热至200 ℃待试样溶解完全，冷却后取下，转入250mL塑料王烧杯中。加入20mL硫酸（1.1.6）和10mL磷酸（1.1.4），蒸发至冒硫酸烟，取下冷却，用少量水吹洗杯壁，加热至沸，使可溶盐类溶解。

2.3.4.2滴定

待溶液冷却后，将溶液转入500 mL锥形瓶用水稀释至200mL，加入5mL硝酸银溶液（1.1.7），15mL过硫酸铵溶液（1.1.8），加入3滴硫酸锰溶液（1.1.10），加热煮沸至溶液呈深红色，铬全部氧化为止。煮沸溶液12-15min，分解过硫酸铵，稍冷却，加入10mL氯化钠溶液（1.1.9），再煮至红色褪去，氯化银沉淀出现，继续煮沸5-10min，取下，流水冷却至室温。将得到的试液用硫酸亚铁铵标准滴定溶液（1.1.12）滴定至溶液呈浅黄色，加3滴N-苯代邻氨基苯甲酸指示剂（1.1.13），继续滴定至溶液由玫瑰红色转变为亮黄绿色为终点。

2.3.4.3结果计算：

按公式（2）计算铬的质量分数*W*(Cr)，数值以%表示，：

 ……………………………………………（2）

式中：

*C*——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*2——滴定试样时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积(包括指示剂校正值)，单位为毫升（mL）；

*V0*——滴定样品空白所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积(包括指示剂校正值)，单位为毫升(mL)；

*M*——铬的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），数值为52.00；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

3结果与讨论

3.1 溶解条件试验

3.1.1微波消解法

钴铬钨系（CoCrW）合金粉末具有优异的耐磨粒磨损、耐冲蚀磨损、耐高温磨损、抗高温氧化和热疲劳等综合性能，具有较强的金属稳定性和耐腐蚀性，常温常压条件下很难将其完全溶解，一般需要在高温高压条件下于王水和氢氟酸介质中进行溶解。称取试料0.10g（精确至0.0001 g）置于消解罐内胆中，加入1.3.4.1试验方法中等量的盐酸（1.1.1）、硝酸（1.1.2）和氢氟酸（1.1.3），放入微波消解仪，加热至200 ℃，试料可完全溶解。在电热板加热条件下，用盐酸+硝酸+氢氟酸样品不能完全溶解。

3.1.2氢氟酸浓度的选择

按照实验方法，分别在样品中加入不同量的氢氟酸，考察不同量的氢氟酸对样品分解的影响，结果显示，当样品量为0.1g，其他条件不变，氢氟酸加入量少于1mL，样品不能完全分解，氢氟酸加入量大于1mL后，样品可完全溶解，因此选择氢氟酸的加入量为2 mL。

3.2溶液介质和氧化剂的选择

高氯酸和过硫酸铵均可氧化Cr3+至Cr6+，高氯酸冒烟氧化会使铬生成铬酰而挥发损失。而在硫酸-磷酸介质中，硫磷混酸冒烟可因为磷酸的存在防止二氧化锰的析出，同时避免试样中的钨以钨酸形式析出，当硫酸浓度为C(1/2H2SO4=1~3mol/L)时，以过硫酸铵作为氧化剂，硝酸银作为催化剂，溶液中的铬和锰均可被分别氧化成Cr6+和Mn7+，同时以氯化钠溶液作为还原剂消除锰的影响，此方法可以保证铬被氧化完全，同时准确计算铬含量。

本方法选择硫酸-磷酸介质，以过硫酸铵作为氧化剂。

3.3 溶液酸度的影响

3.3.1 硫酸(1+1)加入量的影响

准确移取15.00mL铬标准溶液(1.1.11)，通过计算铬量确定硫酸(1.1.6)的最佳加入量。

表2 硫酸加入量的影响

|  |  |
| --- | --- |
| H2SO4(1+1)加入量/mL | 测得铬量/mg |
| 10 | 28.56 |
| 20 | 30.02 |
| 24 | 30.08 |
| 26 | 29.96 |
| 30 | 29.44 |
| 40 | 23.32 |
| 50 | 21.78 |

过硫酸铵氧化铬的反应需在一定的酸度条件下进行，一般认为C（H+）=2~2.5mol/L或每100mL溶液中含有3~8mL硫酸（即C(1/2H2SO4=1~3mol/L）为宜。酸度太小，氧化反应速度过慢；酸度太大，可使Cr6+被还原成Cr3+。试验表明，硫酸(1.1.6)用量大于10mL且小于30mL时，对铬的测定无影响，本方法选择加入20mL硫酸(1.1.6)。

3.3.2 磷酸加入量的影响

磷酸的存在可防止二氧化锰的析出，同时避免试样中的钨以钨酸形式析出。准确移取15.00mL铬标准溶液(1.1.11)，通过计算铬量确定磷酸的最佳加入量。

表3 磷酸加入量的影响

|  |  |
| --- | --- |
| 磷酸加入量/mL | 测得铬量/mg |
| 2 | 29.84 |
| 5 | 30.04 |
| 10 | 30.00 |
| 15 | 29.96 |
| 20 | 29.92 |
| 30 | 29.92 |

结果表明，磷酸的加入量对结果影响不大，本方法选择加入10mL磷酸(1.1.4)。

3.4 硫酸锰的加入量的影响

由于Cr可先于Mn被氧化，当Mn2+被氧化至出现紫红色时，即可判断Cr已被完全氧化。钴铬钨（CoCrW）合金粉末中锰含量很低，需要在过硫酸铵氧化反应之前加入少量的硫酸锰溶液。试验表明，加入硫酸锰溶液（1.1.10）3滴，即可使氧化反应后的溶液呈稳定的紫红色，本方法选择加入3滴硫酸锰溶液（1.1.10）。

3.5 硝酸银溶液加入量的影响

准确移取15.00mL铬标准溶液(1.1.11)，通过计算铬量确定硝酸银溶液的最佳加入量。

表4 硝酸银溶液加入量的影响

|  |  |
| --- | --- |
| 硝酸银(10g/L)加入量/mL | 测得铬量/mg |
| 2 | 30.02 |
| 4 | 30.06 |
| 6 | 30.12 |
| 8 | 29.96 |
| 10 | 29.94 |

过硫酸铵氧化Cr3+至Cr6+的反应过程中需加入硝酸银溶液作为催化剂，按照实验方法操作，分别加入2、4、6、8、10 mL硝酸银溶液(1.1.7)。结果表明，加入2mL以上的硝酸银溶液(1.1.7)即可获得稳定的结果，本方法选择加入5mL硝酸银溶液（1.1.7）。

3.6 过硫酸铵溶液加入量的影响

准确移取15.00mL铬标准溶液(1.1.11)，通过计算铬量确定过硫酸铵溶液的最佳加入量。

表5 过硫酸铵溶液加入量的影响

|  |  |
| --- | --- |
| 过硫酸铵溶液(200g/L)加入量/mL | 测得铬量mg |
| 5 | 25.34 |
| 10 | 30.06 |
| 15 | 29.98 |
| 20 | 29.94 |
| 25 | 29.92 |
| 30 | 29.91 |

结果表明，过硫酸铵溶液用量大于10mL，可保证铬氧化完全。本方法选择加入15mL过硫酸铵溶液 (1.1.8)。

3.7 氯化钠溶液用量的影响

准确移取15.00mL铬标准溶液(1.1.11)，通过计算铬量确定过氯化钠溶液的最佳加入量。

表6 氯化钠溶液加入量的影响

|  |  |
| --- | --- |
| 氯化钠溶液(50g/L)加入量/mL | 测得铬量/mg |
| 5 | 30.06 |
| 10 | 29.98 |
| 20 | 30.01 |
| 25 | 29.90 |
| 30 | 29.94 |

反应过程中需加入硫酸锰溶液以判断铬是否被完全氧化，为了消除共存的锰酸根的影响，选用氯化钠溶液作为还原剂，消除锰的干扰，同时又能沉淀完成催化后的银离子。实验表明，氯化钠溶液(1.1.9)大于5mL，即可完全还原加入的锰和沉淀定量加入的Ag+，本方法选择加入10mL氯化钠溶液(1.1.9)。另外，加入氯化钠溶液后，应避免因煮沸时间过长导致酸度过大，使部分Cr6+被还原导致结果偏低；但煮沸时间过短，由于少量Cl2的存在又会产生返终点现象，煮沸时间应控制在高锰酸钾颜色褪去后继续煮沸5min。

3.8 精密度实验

按照本实验的方法，重复测定2#、48#和61#样品的铬含量各11次，另外由于没有合适的低含量样品，采用标准溶液模拟样品组成，合成样品1#进行精密度试验。分别加入含60mg钴、8mg钨、0.5mg铁、10mg镍、0.5mg锰标准溶液于250mL塑料王烧杯中，然后加入20.00mg铬标准溶液，加入10mL盐酸（1.1.1），3mL硝酸（1.1.2）和2mL氢氟酸（1.1.3），按照实验方法（1.3.4）进行测定，精密度测定结果见表7。

表7 精密度实验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 测定值/% | 平均值/% | 标准偏差SD | 相对标准偏差RSD/% |
| 2# | 24.80、24.78、24.90、24.84、24.92、25.00、24.84、24.90、24.92、24.70、24.82 | 24.86 | 0.082 | 0.26 |
| 61# | 27.67、27.64、27.68、27.50、27.54、27.48、27.56、27.70、27.38、27.56、27.39 | 27.55 | 0.111 | 0.32 |
| 48# | 29.15、29.23、29.45、29.37、29.42、29.31、29.38、29.58、29.46、29.63、29.42 | 29.40 | 0.139 | 0.35 |
| 1# | 19.96、19.95、19.96、19.92、20.06、20.07、19.95、19.98、19.99、20.02、20.04 | 19.99 | 0.050 | 0.21 |

3.9 共存元素干扰试验

按照本实验的方法，取30mg铬（与试料中铬含量相近）分别加入不同量的钴、钨、铁、锰、镍、硅元素进行干扰实验，测定结果见表8。

表8 共存元素的干扰实验

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素加入量/mg | 测得铬量/ mg | 铬回收率/% |
| Co60W5Fe2.0Mn1.0Ni2.0Si1.0 | 30.06 | 100.20 |
| Co120W15Fe4.0Mn2.0Ni15Si2.0 | 29.89 | 99.63 |

结果表明：当上述元素不超过以上含量范围时，对铬量的测定结果基本无影响。

3.10 加标回收试验

按照本实验的方法，分别向2#、48#样品中加入不同含量的铬进行加标回收试验，测定结果见表9。

表9 加标回收实验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 原铬量/ mg | 加入铬量/mg | 测得铬量/mg | 回收率/% |
| 2# | 24.934 | 10 | 35.023 | 100.25 |
| 26.103 | 20 | 46..153 | 100.11 |
| 25.432 | 30 | 55.325 | 99.81 |
| 48# | 31.046 | 10 | 41.061 | 100.04 |
| 30.076 | 20 | 49.945 | 99.74 |
| 30.723 | 30 | 60.814 | 100.15 |

由表9可知加标回收率情况良好，符合分析要求。

4结论

本方法测定钴铬钨（CoCrW）合金粉末中的铬，具有重现性好、结果准确等特点，建议推荐为有色金属行业标准分析方法。

附件2：数据处理汇总表

精密度数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 广  东  省  科  学  院  工  业  分  析  检  测  中  心 | 元素 | | Cr |
| Co-2 | 11  次  测  定  值% | 24.80、24.78、24.90、24.84、24.92、25.00、24.84、24.90、24.92、24.70、24.82 |
| 平均值 | 24.86 |
| RSD% | 0.26 |
| Co-61 | 11  次  测  定  值% | 27.67、27.64、27.68、27.50、27.54、27.48、27.56、27.70、27.38、27.56、27.39 |
| 平均值 | 27.55 |
| RSD | 0.32 |
| Co-48 | 11  次  测  定  值% | 29.15、29.23、29.45、29.37、29.42、29.31、29.38、29.58、29.46、29.63、29.42 |
| 平均值 | 29.40 |
| RSD | 0.35 |
| Co-1 | 11  次  测  定  值% | 19.96、19.95、19.96、19.92、20.06、20.07、19.95、19.98、19.99、20.02、20.04 |
| 平均值 | 19.99 |
| RSD | 0.21 |
| 中  金  岭  南  有  色  金  属  股  份  有  限  公  司 | 元素 | | Cr |
| Co-2 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD% |  |
| Co-61 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-48 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-1 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| 国  标  （北京）  检  验  认  证  有  限  公  司 | 元素 | | Cr |
| Co-2 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD% |  |
| Co-61 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-48 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-1 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| 广  西  分  析  测  试  研  究  中  心 | 元素 | | Cr |
| Co-2 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD% |  |
| Co-61 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-48 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-1 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| 北  矿  检  测  技  术  有  限  公  司 | 元素 | | Cr |
| Co-2 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD% |  |
| Co-61 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-48 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-1 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| 北  矿  新  材  料  科  技  有  限  公  司 | 元素 | | Cr |
| Co-2 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD% |  |
| Co-61 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-481 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-1 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| 清  远  佳  致  新  材  料  研  究  院  有  限  公  司 | 元素 | | Cr |
| Co-2 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD% |  |
| Co-61 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-48 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |
| Co-1 | 11  次  测  定  值% |  |
| 平均值 |  |
| RSD |  |