



国家质量监督检验检疫总局批准
GBW01435~GBW01437

标准物质认定证书

硅钙合金标准物质

**Certified Reference Materials for the Chemical Composition
of Silicocalcium**

证书编号 10001173
定值日期 2011 年 9 月
有效期限 2021 年 8 月



认定机构（或生产单位）：山东省冶金科学研究所

地 址：山东省济南市解放东路 66 号 电 话：0531-88593008

传 真：0531-88593009 e-mail：cassyb@126.com

本硅钙合金标准物质总计 3 点，为粉末状，主要用于硅钙合金类材料的产品质量检验、测量仪器的校准、测量方法的评价和统一测试量值，也可用于此类产品的生产控制分析和检测人员的考核等。

一、样品制备

将选取的物料先用手工挑选，再以鄂式破碎机破碎至 3mm 以下，然后在球磨机中反复研磨，使样品全部通过 0.088mm（180 目）的筛网。将筛下物在混样机中以 18r/min 的速度充分混匀，包装成最小包装单元，进行均匀性检验，均检合格后，进行定值分析，将数据汇总及统计检验后确定标准物质的认定值。

二、均匀性和稳定性

在包装后样品中随机取出 20 瓶，进行均匀性检验，测试所得数据用单因素方差分析法统计处理，统计出瓶间不均匀性方差，均匀性良好。经稳定性考察及同类标准物质稳定性监测，该标准样品稳定性良好，有效期限暂定为 10 年。均匀性检验所用分析方法及称样量见下表。

成分	分析方法	称样量 (g)
C、S	红外吸收法	0.20
Mn、P、Al、Mg、Sr、Cu、Fe	ICP-AES 法	0.20
Si	氟硅酸钾沉淀-酸碱滴定法	0.10
Ca	草酸沉淀高锰酸钾滴定法	0.20

三、认定值与不确定度

认定值为各家单位的平均值的均值，扩展不确定度为：

$$u_{CRM} = k \sqrt{u_{\text{char}}^2 + u_{\text{bb}}^2 + u_{\text{Its}}^2 + u_{\text{sts}}^2} \quad (k=3), \quad u_{\text{char}} = \frac{S}{\sqrt{n}}$$

其中，S 为定值统计的单次测量标准偏差，n 为数据组数； u_{char} 为测定引起的标准不确定度； u_{bb} 均匀性检验统计出的瓶间不均匀性产生的不确定度； u_{Its} 为长期稳定性标准不确定度，可忽略不计； u_{sts} 为短期稳定性标准不确定度，可忽略不计；k 为包含因子，99%的置信概率时取 3。具体结果见下表。

硅钙合金标准物质的认定值、标准偏差、不确定度（质量分数×10⁻²）

编号	样品名称	元素	Si	Ca	C	Mn	P	S
GBW 01435	硅钙合金 1#	认定值	58.58	28.98	0.85	0.043	0.017	0.050
		标准偏差	0.11	0.08	0.02	0.002	0.001	0.002
		不确定度	0.12	0.10	0.02	0.002	0.001	0.002
GBW 01436	硅钙合金 2#	认定值	57.90	30.33	1.04	0.046	0.016	0.038
		标准偏差	0.10	0.08	0.02	0.002	0.001	0.002
		不确定度	0.12	0.10	0.02	0.002	0.001	0.002
GBW 01437	硅钙合金 3#	认定值	56.60	32.40	0.51	0.037	0.017	0.038
		标准偏差	0.11	0.08	0.01	0.002	0.001	0.002
		不确定度	0.13	0.09	0.01	0.002	0.001	0.002

编号	样品名称	元素	Al	Mg	Sr	Cu	Fe	
GBW 01435	硅钙合金 1#	认定值	1.95	0.024	0.033	0.020	7.50	
		标准偏差	0.02	0.001	0.001	0.001	0.05	
		不确定度	0.02	0.001	0.002	0.002	0.07	
GBW 01436	硅钙合金 2#	认定值	1.43	0.018	0.027	0.082	7.15	
		标准偏差	0.02	0.001	0.001	0.002	0.05	
		不确定度	0.02	0.002	0.001	0.003	0.06	
GBW 01437	硅钙合金 3#	认定值	1.14	0.011	0.030	0.020	8.12	
		标准偏差	0.02	0.001	0.001	0.001	0.06	
		不确定度	0.03	0.001	0.001	0.001	0.07	

注：表中不确定度为扩展不确定度；标准偏差为单次测量的标准偏差 数据组数均为 8。

四、分析方法

Si: 高氯酸脱水重量法、氟硅酸钾沉淀-酸碱滴定法

Ca: EDTA 滴定法、草酸沉淀高锰酸钾滴定法

C: 红外线吸收法、气体容量法

Mn: 高碘酸盐光度法、ICP-AES 法

P: 钼磷钼蓝光度法、钼蓝光度法、ICP-AES 法

S: 红外线吸收法、燃烧-碘酸钾滴定法、色层分离重量法

Al: EDTA 滴定法、铬天青 S 分光光度法、ICP-AES 法

Mg: 火焰原子吸收光度法、ICP-AES 法

Sr: 火焰原子吸收光度法、ICP-AES 法、ICP-MS

Cu: BCO 分光光度法、火焰原子吸收光度法、ICP-AES 法

Fe: $TiCl_3$ 还原-重铬酸钾滴定法、 $HgCl_2$ 还原-重铬酸钾滴定法、ICP-AES 法

五、溯源性

(1) 采用多家实验室协作定值。邀请了常年参加标准物质生产和/或定值的实验室协作定值，定值测试能力符合要求；

(2) 采用不同原理的测试方法。如：硅、硫采用重量法；碳采用气体容量法；钙、铝采用 EDTA 滴定法。

六、包装、使用和储存

样品为玻璃瓶装，每瓶净重 50g，瓶口压片密封。玻璃瓶上贴有标签，外套塑料盒包装，贴上标签。称样后将瓶盖拧紧。标准物质存放在干燥、洁净、无阳光直射、通风良好的贮存室内。

七、协作定值单位

中钢集团吉林铁合金股份有限公司技术中心化验室；
中信锦州金属股份有限公司质量检验中心；
马鞍山钢铁股份有限公司技术中心检验技术研究所；
山西太钢不锈钢股份有限公司技术中心；
攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司检测中心；
中国兵器工业金属材料理化检验中心；
山东省冶金科学研究院测试中心

八、研制单位

名称：山东省冶金科学研究院标准样品研究所

地址：山东省济南市解放东路 66 号

电话：0531-88593008

邮编：250014

传真：0531-88593009