

中华人民共和国
国家标准样品证书

GSB 03-2586-2010 ~ 03-2590-2010

锰矿石国家标准样品

Manganese Ore

研制单位：山东省冶金科学研究所

定值日期：2009年

有效日期：2019年

2009年 月 日 发布

国家质量监督检验检疫总局

国家标准化管理委员会

批准

本标准样品适用于锰矿石类材料进行产品质量检验时校正仪器、评价测试方法和统一测试量值，也可用于此类产品的生产控制、成品分析质量监督等。

一. 制备方法

化学成分设计→原料准备→干燥→鄂式破碎机粗破碎→对辊破碎机细破碎→小型球磨机研磨→筛分 < 0.098mm (160 目) →机械混匀 10r/min→密封保存→分装→均匀性检验→定值分析→数理统计→定值

二. 标准值、标准偏差及不确定度

标准值为各家定值的平均值的均值，扩展不确定度为：

$$U = k\sqrt{\mu_{\text{char}}^2 + \mu_{\text{bb}}^2 + \mu_{\text{ls}}^2 + \mu_{\text{sts}}^2} \quad (k=3), \quad \mu_{\text{char}} = \frac{S}{\sqrt{n}}$$

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

三. 分析方法

元素	方法
TMn	电位滴定法、硫酸亚铁铵滴定法
MnO ₂	电位滴定法、硫酸亚铁铵滴定法、草酸钠还原高锰酸钾滴定法
TFe	重铬酸钾滴定法、邻菲罗啉分光光度法、ICP-AES
SiO ₂	高氯酸脱水重量法、动物胶重量法
Al ₂ O ₃	氟盐取代 EDTA 滴定法、ICP-AES
CaO	EDTA 滴定法、原子吸收光谱法、ICP-AES
MgO	EDTA 滴定法、ICP-AES、原子吸收光谱法
TiO ₂	二安替吡啉甲烷光度法、ICP-AES
BaO	硫酸钡重量法、ICP-AES
K ₂ O	原子吸收光谱法、ICP-AES
Na ₂ O	原子吸收光谱法、ICP-AES
Cr	二苯碳酰二肼光度法、ICP-AES
Ni	ICP-AES、三氯甲烷萃取光度法
Cu	原子吸收光谱法、ICP-AES、新亚铜灵萃取光度法
V	ICP-AES、N-苯甲酰苯胍萃取光度法
P	钼磷钼蓝光度法、钼蓝光度法、ICP-AES
Pb	原子吸收光谱法、ICP-AES
As	甲基异丁基甲酮-萃取光度法、ICP-AES、FAAS、HG-ICP-AES
Zn	原子吸收光谱法、ICP-AES
S	硫酸钡重量法、燃烧碘量滴定法、红外吸收法

锰矿石标准样品标准值、标准偏差及不确定度 (%)

编号	样品	元素	TMn	MnO ₂	TFe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	BaO	K ₂ O
GSB 03-2586- 2010	锰矿石 1#	标准值	14.45	20.70	0.85	56.03	8.25	2.07	0.60	0.177	0.064	3.74
		标准偏差	0.04	0.04	0.01	0.05	0.05	0.03	0.02	0.003	0.003	0.04
		不确定度	0.05	0.05	0.01	0.08	0.06	0.03	0.02	0.005	0.003	0.05
GSB 03-2587- 2010	锰矿石 2#	标准值	22.18	18.40	10.62	24.73	2.80	6.20	3.14	0.123	0.164	0.83
		标准偏差	0.06	0.04	0.05	0.06	0.04	0.05	0.04	0.004	0.004	0.01
		不确定度	0.08	0.05	0.07	0.07	0.05	0.06	0.04	0.006	0.005	0.02
GSB 03-2588- 2010	锰矿石 3#	标准值	30.99	45.62	10.68	17.30	6.40	1.15	0.70	0.215	1.11	0.65
		标准偏差	0.07	0.06	0.06	0.05	0.04	0.01	0.01	0.004	0.01	0.01
		不确定度	0.08	0.08	0.07	0.06	0.05	0.01	0.01	0.005	0.01	0.02
GSB 03-2589- 2010	锰矿石 4#	标准值	36.31	45.02	6.90	17.70	2.08	3.30	1.29	0.085	0.410	0.49
		标准偏差	0.07	0.06	0.05	0.06	0.03	0.05	0.03	0.002	0.005	0.01
		不确定度	0.09	0.08	0.06	0.06	0.03	0.06	0.04	0.003	0.006	0.02
GSB 03-2590- 2010	锰矿石 5#	标准值	44.97	67.67	2.75	16.00	2.35	0.195	0.182	0.105	0.058	1.48
		标准偏差	0.06	0.06	0.04	0.05	0.03	0.004	0.004	0.002	0.002	0.02
		不确定度	0.06	0.06	0.04	0.07	0.04	0.005	0.005	0.003	0.002	0.02
编号	样品	元素	Na ₂ O	Cr	Ni	Cu	V	P	Pb	As	Zn	S
GSB 03-2586- 2010	锰矿石 1#	标准值	0.48					0.011	0.0025	0.013	0.015	0.012
		标准偏差	0.02					0.001	0.0003	0.001	0.001	0.001
		不确定度	0.02					0.002	0.0004	0.002	0.002	0.002
GSB 03-2587- 2010	锰矿石 2#	标准值	0.049	0.0023	0.0044	0.0071	0.0044	0.074	0.0066	0.032	0.012	0.044
		标准偏差	0.002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0002	0.002	0.0004	0.002	0.002	0.002
		不确定度	0.003	0.0002	0.0003	0.0004	0.0002	0.004	0.0005	0.003	0.002	0.003
GSB 03-2588- 2010	锰矿石 3#	标准值	0.058	0.013	0.083	0.015	0.019	0.171	0.110	0.089	0.235	0.100
		标准偏差	0.001	0.002	0.002	0.001	0.001	0.003	0.005	0.002	0.005	0.004
		不确定度	0.002	0.002	0.003	0.001	0.001	0.005	0.005	0.002	0.007	0.004
GSB 03-2589- 2010	锰矿石 4#	标准值	0.076	0.0018	0.010	0.0086	0.0075	0.105	0.0083	0.039	0.027	0.021
		标准偏差	0.003	0.0005	0.001	0.0003	0.0003	0.002	0.0002	0.002	0.002	0.001
		不确定度	0.004	0.0006	0.002	0.0004	0.0004	0.003	0.0002	0.002	0.003	0.002
GSB 03-2590- 2010	锰矿石 5#	标准值	0.034	0.038	0.079	0.022	0.018	0.230	0.011	0.042	0.070	0.0086
		标准偏差	0.003	0.002	0.003	0.001	0.002	0.004	0.001	0.002	0.002	0.0004
		不确定度	0.003	0.002	0.003	0.001	0.002	0.005	0.001	0.003	0.002	0.0005

注：不确定度为扩展不确定度 (k=3)；数据组数为 8 组。

四. 均匀性检验及稳定性考察

将包装好的样品，随机抽取 20 瓶进行均匀性检验，每瓶测量 3 次，对测量结果采用方差 (F) 检验法，结果 $F < F_{\alpha}$ ，表明样品均匀性良好。

均匀性检验各成分分析所用方法和最小称样量

成分	方法	最小称样量(g)
TMn	电位滴定法	0.2
MnO ₂	电位滴定法	0.2
TFe	三氯化钛还原-重铬酸钾滴定法	0.2
SiO ₂	高氯酸脱水重量法	0.2
Al ₂ O ₃ 、TFe、CaO、SiO ₂ 、 MgO、TiO ₂ 、BaO、	ICP-AES	0.1
Cr、Ni、Cu、V、P、 Pb、Zn	ICP-AES	0.2
K ₂ O、Na ₂ O	AAS	0.1
As	HG-ICP-AES	0.2
S	燃烧碘量滴定法	0.25

经多年同类标准样品稳定性考察，该标准样品稳定性良好，有效期为 10 年。

五. 溯源性

(1) 采用多家实验室协作定值；

(2) 尽量采用不同原理的测试方法，S、SiO₂、BaO 采用重量法，TMn、MnO₂ 采用电位滴定法，TFe、Al₂O₃、CaO、MgO 采用基准的重铬酸钾和 EDTA 滴定法测定；

(3) 采用标准溶液或有证标准样品校准仪器。

六. 包装、使用及贮存方法

玻璃瓶包装，净重 80g，有内垫，塑封。玻璃瓶上贴有标签，装于塑料盒中，贴上标签，称样后将瓶盖拧紧，存放于干燥处。

七. 协作定值单位

武汉科技大学标准样品研究所、马鞍山钢铁股份有限公司技术中心、上海宝钢研究院分析测试研究中心、鞍钢股份有限公司技术中心理化所、中国兵器工业第五二研究所理化检测中心（包头）、中石油济南柴油机股份有限公司理化室和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：济南市解放东路 66 号 邮编：250014

电话：0531-88593008 88593012 88593006 传真：0531-88593009

网址：www.rms.cn Email：cassyb@126.com