

中华人民共和国 行业标准样品证书

YSBC28641—2011

YSBC28642—2011

YSBC28643—2011

硅钙铝、硅钡铝、硅钙钡铝

Si-Ca-Al, Si-Ba-Al, Si-Ca-Ba-Al Certified Reference Material for Chemical Analysis

研制单位：山东省冶金科学研究所

定值日期：2011年09月

有效日期：2021年08月

年 月 日 发布

中华人民共和国工业和信息化部 批准

本标准样品适用于硅钙铝、硅钡铝、硅钙钡铝合金类样品的快速分析、仪器分析及验证新方法、控制产品质量、评定实验室及分析人员的技术水平，同时也适用于对外技术交流、贸易中对此类产品的评价及仲裁。

一. 制备方法

本标准样品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，随机取均匀性检验样品，定值分析，数据汇总统计处理，确定标准值。

二. 标准值、标准偏差和不确定度

标准值为各家定值的平均值的均值，扩展不确定度为：

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

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_{lts} 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，置信概率为 99% 时取 3。具体结果见下表。

三. 分析方法

项目	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，ICP-AES 法
C	红外线吸收法，气体容量法
Mn	ICP-AES 法，高碘酸钾光度法
P	铋磷钼蓝光度法，钼蓝光度法，ICP-AES 法
S	红外线吸收法，燃烧-碘酸钾滴定法
Ba	硫酸钡重量法，ICP-AES 法
Al	EDTA 络合-锌标准溶液滴定法，EDTA 络合-铜标准溶液滴定法，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 法
Cr	碳酸钠分离-二苯碳酰二肼分光光度法，ICP-AES 法
Ni	丁二酮肟分光光度法，ICP-AES 法
Cu	BCO 分光光度法，火焰原子吸收光度法，ICP-AES 法
Fe	三氯化钛还原-重铬酸钾滴定法，HgCl ₂ 还原-重铬酸钾滴定法，ICP-AES 法

标准值、标准偏差及不确定度 (%)

编号	名称	元素	Si	Ca	C	Mn	P	S	Ba
YSBC 28641-2011	硅钙铝	标准值	43.60	15.18	1.00	0.095	0.051	0.040	1.64
		标准偏差	0.09	0.06	0.02	0.004	0.001	0.002	0.02
		不确定度	0.10	0.07	0.02	0.004	0.001	0.002	0.02
YSBC 28642-2011	硅钡铝	标准值	50.36	1.44	0.34	0.11	0.016	0.038	24.26
		标准偏差	0.09	0.02	0.02	0.01	0.001	0.002	0.08
		不确定度	0.10	0.03	0.02	0.01	0.001	0.002	0.10
YSBC 28643-2011	硅钙钡铝	标准值	52.76	11.10	0.63	0.15	0.024	0.073	15.33
		标准偏差	0.10	0.06	0.02	0.01	0.001	0.002	0.07
		不确定度	0.13	0.07	0.02	0.01	0.002	0.002	0.10
编号	名称	元素	Al	Mg	Sr	Cr	Ni	Cu	Fe
YSBC 28641-2011	硅钙铝	标准值	16.63	0.027	0.022	0.054	0.026	0.046	17.53
		标准偏差	0.05	0.002	0.001	0.002	0.001	0.001	0.06
		不确定度	0.06	0.002	0.001	0.003	0.002	0.001	0.08
YSBC 28642-2011	硅钡铝	标准值	4.07	0.032	0.095	0.083	0.021	0.032	16.68
		标准偏差	0.03	0.002	0.001	0.002	0.001	0.001	0.07
		不确定度	0.04	0.002	0.001	0.002	0.001	0.001	0.09
YSBC 28643-2011	硅钙钡铝	标准值	5.42	0.019	0.042	0.031	0.0070	0.017	10.54
		标准偏差	0.04	0.001	0.001	0.001	0.0004	0.001	0.07
		不确定度	0.06	0.001	0.001	0.001	0.0005	0.001	0.08

注：表中不确定度为扩展不确定度，(k=3)；数据组数为 8。

四. 均匀性检验及稳定性考察

在样品中随机取出 20 瓶，进行均匀性检验，测试所得数据用方差 (F) 检验法进行统计分析。经考察，该标准样品稳定性良好，有效期限为 10 年。

均匀性检验分析及最小称样量

成分	分析方法	称样量 (g)
C、S	红外线吸收法	0.2
Mn、P、Mg、Sr、Cr、 Ni、Cu、Fe	ICP-AES 法	0.2
Si	氟硅酸钾沉淀-酸碱滴定法	0.1
Ba、Ca、Al	ICP-AES 法	0.1

五. 包装、使用及贮存方法

本标准样品为玻璃瓶装，瓶口压片密封，外套塑料盒包装，最小包装单元为 50 g/瓶。称样后将瓶盖拧紧、塑封。标准样品存放在干燥、洁净、无阳光直射、通风良好的贮存室内。

六. 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，攀钢集团攀枝花钢铁研究院检测中心，中国兵器工业金属材料理化检测中心，山东省冶金科学研究院测试中心，济南钢铁集团科技技术质量部

七. 定值单位

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

邮编：250014

电话：0531-88593008

传真：0531-88593009

Email: cassyb@126.com

网址: <http://www.rms.cn>