

行业标准样品证书

YSBC 28756-2008, YSBC 28757-2008

YSBC 28765-2008, YSBC 28766-2008

YSBC 28767-2008, YSBC 28768-2008

YSBC 28769-2008,

铁矿石

Iron Ore

研制单位：山东省冶金科学研究所
标准样品研究所

定值日期：2008 年

有效期限：2018 年

2008 年 月 日 发布

国家发展和改革委员会 批准

本标准样品适用于铁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 < 0.080mm (180 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. 标准值标准偏差及扩展不确定度

标准值为各家定值的平均值的均值，.

扩展不确定度为：

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

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_{lts} 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 |
|--------------------------------|--|
| TFe | 三氯化钛还原-重铬酸钾滴定法；氯化亚锡-氯化汞-重铬酸钾滴定法 |
| FeO | 重铬酸钾滴定法 |
| SiO ₂ | 硅钼蓝光度法；高氯酸脱水重量法 |
| Al ₂ O ₃ | ICP-AES；铬天青 S 光度法；氟盐取代 EDTA 滴定法 |
| CaO | ICP-AES；原子吸收光谱法 |
| MgO | ICP-AES；EGTA-CyDTA 滴定法；原子吸收光谱法 |
| S | 红外吸收法；燃烧碘量法；色层分离重量法 |
| P | 钼磷钼蓝光度法；ICP-AES；乙酸丁酯萃取光度法 |
| MnO | 高碘酸钾光度法；ICP-AES；原子吸收光谱法 |
| TiO ₂ | ICP-AES；二安替比林甲烷光度法 |
| K ₂ O | ICP-AES；原子吸收光谱法 |
| Na ₂ O | 原子吸收光谱法；ICP-AES |
| Cu | ICP-AES；原子吸收光谱法 |
| As | ICP-AES；氢化物发生 ICP-AES；原子吸收光谱法；原子荧光光谱法；甲基异丁基甲酮萃取分离砷钼蓝光度法；砷化氢分离-砷钼蓝光度法 |
| Pb | ICP-AES；原子吸收光谱法 |
| Zn | ICP-AES；原子吸收光谱法 |
| Cr | ICP-AES；二苯基碳酰二肼光度法 |

铁矿石行业标准样品的标准值 (%) 标准偏差及扩展不确定度

| 编号 | 样品 | 元素 | TFe | FeO | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | CaO | MgO | MnO | P | TiO ₂ | |
|--------------------|--------------------|----------|-------|------------------|-------------------|--------------------------------|--------|-------|--------|--------|------------------|--|
| YSBC 28756-2008 | 赤铁矿 | 标准值 | 55.81 | 1.86 | 13.00 | 1.93 | 1.10 | 0.36 | 0.026 | 0.011 | 0.083 | |
| | | <i>S</i> | 0.10 | 0.05 | 0.04 | 0.02 | 0.02 | 0.01 | 0.002 | 0.001 | 0.003 | |
| | | <i>U</i> | 0.11 | 0.06 | 0.05 | 0.03 | 0.03 | 0.01 | 0.002 | 0.002 | 0.004 | |
| YSBC 28757-2008 | 褐铁矿 | 标准值 | 57.41 | 1.89 | 7.31 | 5.11 | 0.34 | 0.142 | 0.228 | 0.054 | 0.230 | |
| | | <i>S</i> | 0.09 | 0.04 | 0.05 | 0.03 | 0.01 | 0.004 | 0.004 | 0.003 | 0.005 | |
| | | <i>U</i> | 0.10 | 0.05 | 0.05 | 0.03 | 0.02 | 0.005 | 0.004 | 0.003 | 0.005 | |
| YSBC 28765-2008 | 磁铁 ₁ # | 标准值 | 60.37 | 21.03 | 7.40 | 3.54 | 1.49 | 1.23 | 0.236 | 0.043 | 0.751 | |
| | | <i>S</i> | 0.10 | 0.11 | 0.04 | 0.04 | 0.04 | 0.02 | 0.004 | 0.002 | 0.005 | |
| | | <i>U</i> | 0.11 | 0.12 | 0.05 | 0.05 | 0.04 | 0.03 | 0.004 | 0.002 | 0.006 | |
| YSBC 28766-2008 | 磁铁 ₂ # | 标准值 | 62.65 | 24.53 | 4.20 | 0.39 | 0.71 | 4.73 | 0.113 | 0.011 | 0.117 | |
| | | <i>S</i> | 0.10 | 0.12 | 0.04 | 0.02 | 0.02 | 0.05 | 0.004 | 0.001 | 0.004 | |
| | | <i>U</i> | 0.11 | 0.13 | 0.05 | 0.02 | 0.02 | 0.05 | 0.004 | 0.001 | 0.004 | |
| YSBC 28767-2008 | 磁铁 ₃ # | 标准值 | 63.07 | 23.93 | 3.38 | 0.64 | 0.71 | 4.82 | 1.08 | 0.016 | 0.224 | |
| | | <i>S</i> | 0.10 | 0.12 | 0.05 | 0.02 | 0.02 | 0.05 | 0.03 | 0.002 | 0.005 | |
| | | <i>U</i> | 0.11 | 0.13 | 0.05 | 0.02 | 0.03 | 0.06 | 0.04 | 0.002 | 0.006 | |
| YSBC 28768-2008 | 磁铁精 ₁ # | 标准值 | 66.18 | 27.01 | 2.90 | 0.54 | 0.74 | 2.64 | 0.103 | 0.0067 | 0.077 | |
| | | <i>S</i> | 0.05 | 0.10 | 0.04 | 0.02 | 0.03 | 0.04 | 0.005 | 0.0004 | 0.003 | |
| | | <i>U</i> | 0.06 | 0.11 | 0.05 | 0.02 | 0.04 | 0.04 | 0.006 | 0.0004 | 0.004 | |
| YSBC 28769-2008 | 磁铁精 ₂ # | 标准值 | 67.84 | 29.72 | 5.32 | 0.45 | 0.155 | 0.202 | 0.030 | 0.0025 | 0.097 | |
| | | <i>S</i> | 0.09 | 0.13 | 0.04 | 0.02 | 0.005 | 0.005 | 0.001 | 0.0003 | 0.004 | |
| | | <i>U</i> | 0.10 | 0.14 | 0.04 | 0.02 | 0.006 | 0.005 | 0.001 | 0.0003 | 0.005 | |
| 编号 | 样品 | 元素 | S | K ₂ O | Na ₂ O | As | Cu | Pb | Zn | Cr | | |
| YSBC 28756-2008 | 赤铁矿 | 标准值 | 0.469 | 0.433 | 0.33 | 0.23 | 0.134 | 0.319 | 0.161 | | | |
| | | <i>S</i> | 0.005 | 0.005 | 0.01 | 0.02 | 0.004 | 0.004 | 0.005 | | | |
| | | <i>U</i> | 0.007 | 0.005 | 0.01 | 0.02 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | | | |
| YSBC 28757-2008 | 褐铁矿 | 标准值 | 0.018 | 0.150 | 0.045 | 0.0014 | 0.0038 | | 0.0027 | 0.032 | | |
| | | <i>S</i> | 0.002 | 0.005 | 0.004 | 0.0002 | 0.0003 | | 0.0002 | 0.002 | | |
| | | <i>U</i> | 0.002 | 0.006 | 0.004 | 0.0003 | 0.0003 | | 0.0003 | 0.003 | | |
| YSBC 28765-2008 | 磁铁 ₁ # | 标准值 | 0.016 | 0.090 | 0.102 | 0.0012 | 0.0080 | | 0.016 | 0.068 | | |
| | | <i>S</i> | 0.002 | 0.003 | 0.004 | 0.0002 | 0.0004 | | 0.002 | 0.004 | | |
| | | <i>U</i> | 0.002 | 0.004 | 0.005 | 0.0002 | 0.0004 | | 0.002 | 0.004 | | |
| YSBC 28766-2008 | 磁铁 ₂ # | 标准值 | 0.114 | 0.040 | 0.013 | | 0.0071 | | 0.0085 | | | |
| | | <i>S</i> | 0.004 | 0.002 | 0.001 | | 0.0004 | | 0.0005 | | | |
| | | <i>U</i> | 0.005 | 0.002 | 0.002 | | 0.0004 | | 0.0005 | | | |
| YSBC 28767-2008 | 磁铁 ₃ # | 标准值 | 0.024 | 0.025 | 0.016 | | | | 0.055 | | | |
| | | <i>S</i> | 0.002 | 0.003 | 0.002 | | | | 0.002 | | | |
| | | <i>U</i> | 0.002 | 0.003 | 0.002 | | | | 0.003 | | | |
| YSBC 28768-2008 | 磁铁精 ₁ # | 标准值 | 0.059 | 0.054 | 0.031 | | 0.0050 | | 0.0070 | | | |
| | | <i>S</i> | 0.002 | 0.003 | 0.002 | | 0.0003 | | 0.0005 | | | |
| | | <i>U</i> | 0.003 | 0.003 | 0.002 | | 0.0003 | | 0.0005 | | | |
| YSBC 28769-2008 | 磁铁精 ₂ # | 标准值 | 0.106 | 0.055 | 0.018 | | | | 0.0020 | 0.0075 | | |
| | | <i>S</i> | 0.004 | 0.003 | 0.002 | | | | 0.0002 | 0.0005 | | |
| | | <i>U</i> | 0.005 | 0.003 | 0.002 | | | | 0.0002 | 0.0006 | | |

注：不确定度为扩展不确定度 (k=3)；数据组数均为 8。

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。最小称样量均为 0.2g。

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) |
|--|----------------|----------|
| TFe | 三氯化钛还原—重铬酸钾滴定法 | 0.2 |
| FeO | 重铬酸钾滴定法 | 0.2 |
| SiO ₂ | 硅钼蓝光度法 | 0.2 |
| Al ₂ O ₃ 、CaO、MgO、 TiO ₂ 、Pb、Zn、Cr | ICP-AES | 0.2 |
| MnO、K ₂ O、Na ₂ O、Cu | 原子吸收光谱法 | 0.2 |
| P | 钼磷钼蓝光度法 | 0.2 |
| S | 红外吸收法 | 0.2 |
| As | HG-ICP-AES | 0.2 |

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, 硫、硅采用重量法, TFe、FeO、Al₂O₃、MgO 采用基准的重铬酸钾和 EDTA、EGTA 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 100g, 有内垫, 塑封。玻璃瓶上贴有标签, 装于塑料盒中, 贴上标签。使用前应在烘箱中于 105℃ 干燥 1h, 取出置于干燥器中冷却至室温后使用, 称样后将瓶盖拧紧, 存放于干燥处。

七. 协作定值单位

国家钢铁材料测试中心; 北京矿冶研究总院测试研究所; 宝钢股份特殊钢分公司质量保证部检测中心化验室; 马钢技术中心检验技术研究所; 武汉科技大学分析中心; 中国兵器工业第五二研究所理化检测中心; 山东省冶金科学研究院测试中心
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;

传真: 0531-88593009; Email: cassyb@163.com