

中华人民共和国 行业标准样品证书

YSBC28636-2011

YSBC28637-2011

(钒铁 化学分析用标准样品)

(Ferrovandium Certified Reference Material for Chemical Analysis)

研制单位：山东省冶金科学研究所

标准样品研究所

标准样品研究所

定值日期：2011年09月

复验日期：2016年08月

有效日期：2026年07月

年 月 日 发布

中华人民共和国工业和信息化部 批准

本标准样品适用于钒铁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→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：

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

其中，S 为定值统计的单个测量标准偏差，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_{Its} 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	定值方法
V	电位滴定法、硫酸亚铁铵滴定法、高锰酸钾氧化滴定法
C	红外线吸收法、气体容量法
Si	硫酸脱水重量法、硅钼蓝光度法、ICP-AES
Mn	高碘酸钾光度法、ICP-AES
P	钼磷钼蓝光度法、磷钼蓝光度法、ICP-AES
S	红外线吸收法、燃烧-碘酸钾滴定法、活性氧化铝分离-ICP
Cr	碳酸钠分离-二苯碳酰二肼光度法、ICP-AES
Ni	萃取分离-丁二酮肟光度法、ICP-AES
Cu	新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法、FAAS、ICP-AES
Al	铬天青 S 光度法、ICP-AES、ICP-MS
As	氢化物发生-ICP、蒸馏分离-钼蓝光度法、ICP-AES、ICP-MS
Pb	载体沉淀 ICP-AES、载体沉淀 GFAAS、ICP-AES、ICP-MS
Ca	ICP-AES、FAAS

钒铁标准样品标准值、标准偏差及不确定度 (%)

编号	名称	元素	V	C	Si	Mn	P	S	Cr
YSBC2 8636-20 11	钒铁 1#	标准值 (%)	54.02	0.285	0.682	0.663	0.056	0.0044	0.110
		标准偏差	0.07	0.005	0.005	0.006	0.002	0.0004	0.003
		不确定度	0.09	0.006	0.006	0.007	0.003	0.0004	0.004
YSBC2 8637-20 11	钒铁 2#	标准值 (%)	47.32	0.475	1.89	0.365	0.093	0.014	0.289
		标准偏差	0.06	0.006	0.03	0.006	0.003	0.001	0.004
		不确定度	0.07	0.007	0.03	0.007	0.003	0.002	0.005
编号	名称	元素	Ni	Cu	Al	As	Pb	Ca	
YSBC2 8636-20 11	钒铁 1#	标准值 (%)	0.011	0.054	0.0026	0.0017	0.0006	0.022	
		标准偏差	0.001	0.002	0.0002	0.0002	0.0001	0.001	
		不确定度	0.001	0.003	0.0003	0.0002	0.0001	0.001	
YSBC2 8637-20 11	钒铁 2#	标准值 (%)	0.067	0.064	0.0061	0.024	0.0004	0.115	
		标准偏差	0.002	0.003	0.0007	0.002	0.0001	0.003	
		不确定度	0.003	0.003	0.0008	0.003	0.0001	0.004	

注：不确定度为扩展不确定度 (k=3)；数据组数 P 为 9 组，其余均为 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	分析方法	最小称样量(g)
V	硫酸亚铁铵滴定法	0.2
C、S	红外线吸收法	0.2
Si、Mn、P、Cr、Ni、 Cu、Al、Pb、Ca	ICP-AES	0.2
As	HG-ICP-AES	0.2

经稳定性检验和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。邀请了国内常年参加标准样品定值的实验室协作定值，这些实验室都通过了实验室认可，能保证检测结果的溯源性。

(2) 采用不同原理的测试方法。如，钒采用电位滴定法、高锰酸钾氧化滴定法、硫酸亚铁铵滴定法；硅采用硫酸脱水重量法、硅钼蓝光度法；碳采用气体容量法、红外吸收法；磷采用钼磷钼蓝光度法和钼蓝光度法。

(3) 定值分析过程中使用有证标准物质/标准样品作为量值传递的标准。

六. 包装、使用及贮存方法

本标准样品使用玻璃瓶包装，每瓶净重 50g，瓶口压片密封。玻璃瓶上贴有标签，装于塑料盒外包装中，贴上标签。称样后将瓶盖拧紧，标准样品存放于干燥、洁净、无阳光直射通风良好的室内贮存。

七. 协作定值单位

国家钢铁材料测试中心；
中信锦州铁合金股份有限公司质检中心；
宝钢股份特殊钢分公司质量保证部检测中心；
大冶特殊钢股份有限公司技术中心质量检验部；
鞍钢股份有限公司技术中心理化所；
武汉科技大学标准样品研究所；
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；
传真：0531-88593009；Email: cassyb@163.com 网址: www.rms.cn