



国家质量监督检验检疫总局批准  
GBW07846~07853

# 标准物质认定证书

高铬镍铁矿石、烧结矿标准物质

**Certified Reference Materials for the Chemical Composition  
of High content chromium nickel iron ore and sinter**

定值日期 2012 年 10 月

复验日期 2017 年 9 月

有效期限 2022 年 8 月



认定机构（或生产单位）：山东省冶金科学研究院

地 址：山东省济南市解放东路66号 E-mail: cassyb@126.com

电话：0531-88593008 88593012 传真：0531-88593009

本套高铬镍铁矿石、烧结矿标准物质共计 8 点，为粉末状，主要用于高铬镍铁矿石、烧结矿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 0.075mm（200 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 5 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)
TFe、FeO	重铬酸钾滴定法	0.20
SiO <sub>2</sub> 、	氟硅酸钾滴定法	0.20
Ni、Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、CaO、Co、Cr、 MgO、Mn、TiO <sub>2</sub> 、P	ICP-AES 法	0.20
CaO、MgO、	EDTA 滴定法	0.20
S	燃烧碘量法	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：

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

其中，S 为定值统计的单次测量标准偏差，n 为数据组数； $u_{\text{char}}$  为测定引起的标准不确定度； $u_{\text{bb}}$  均匀性检验统计出的瓶间不均匀性产生的不确定度； $u_{\text{lts}}$  为长期稳定性标准不确定度，可忽略不计； $u_{\text{sts}}$  为短期稳定性标准不确定度，可忽略不计；k 为包含因子，95%的置信概率时取 2。具体结果见下表。

高铬镍铁矿、镍烧结矿标准物质认定值、扩展不确定度汇总(k=2) ( $\times 10^{-2}$ )

编号	元素	TFe	FeO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Ni
GBW07846 高铬镍 铁矿石 1#	认定值	51.48	0.25	2.30	5.65	0.014	0.70	0.72
	标准偏差	0.12	0.04	0.04	0.04	0.002	0.02	0.01
	不确定度	0.10	0.03	0.03	0.03	0.002	0.02	0.01
GBW07847 高铬镍 铁矿石 2#	认定值	39.68	0.10	10.00	10.40	0.30	2.54	1.30
	标准偏差	0.17	0.01	0.09	0.14	0.02	0.04	0.02
	不确定度	0.12	0.01	0.07	0.10	0.02	0.04	0.02
GBW07848 高铬镍 铁矿石 3#	认定值	12.97	0.33	46.34	1.40	0.41	19.98	2.00
	标准偏差	0.09	0.04	0.12	0.04	0.02	0.10	0.02
	不确定度	0.06	0.04	0.10	0.03	0.01	0.08	0.02
GBW07849 高铬镍 铁矿石 4#	认定值	51.36	0.26	3.11	4.16	0.032	1.05	0.94
	标准偏差	0.18	0.03	0.07	0.05	0.002	0.05	0.02
	不确定度	0.14	0.03	0.05	0.04	0.002	0.03	0.01
GBW07850 高铬镍 铁矿石 5#	认定值	16.83	0.10	34.93	2.06	0.16	21.32	1.74
	标准偏差	0.08	0.01	0.10	0.06	0.01	0.14	0.02
	不确定度	0.06	0.01	0.09	0.05	0.01	0.12	0.02
GBW07851 高铬镍 铁矿石 6#	认定值	34.18	0.11	18.28	2.39	0.12	12.12	1.50
	标准偏差	0.15	0.02	0.10	0.05	0.01	0.09	0.02
	不确定度	0.11	0.01	0.09	0.04	0.01	0.08	0.02
GBW07852 高铬镍 烧结矿 1#	认定值	19.43	10.20	28.78	7.10	19.85	11.58	1.07
	标准偏差	0.10	0.12	0.08	0.10	0.14	0.10	0.03
	不确定度	0.07	0.09	0.07	0.08	0.11	0.08	0.02
GBW07853 高铬镍 烧结矿 2#	认定值	25.15	20.15	29.18	6.68	11.80	12.48	1.41
	标准偏差	0.13	0.15	0.08	0.09	0.13	0.10	0.02
	不确定度	0.10	0.11	0.06	0.07	0.10	0.08	0.01
编号	元素	Cr	Co	TiO <sub>2</sub>	Mn	P	S	CW
GBW07846 高铬镍 铁矿石 1#	认定值	1.80	0.10	0.15	0.70	0.0045	0.17	*9.93
	标准偏差	0.04	0.01	0.01	0.02	0.0003	0.01	
	不确定度	0.03	0.01	0.01	0.02	0.0002	0.01	
GBW07847 高铬镍 铁矿石 2#	认定值	1.71	0.085	0.14	0.59	0.010	0.23	*11.63
	标准偏差	0.02	0.003	0.01	0.02	0.001	0.01	
	不确定度	0.02	0.002	0.01	0.02	0.001	0.01	
GBW07848 高铬镍 铁矿石 3#	认定值	0.58	0.037	0.024	0.23	0.0017	0.012	*9.22
	标准偏差	0.02	0.003	0.004	0.01	0.0003	0.002	
	不确定度	0.02	0.002	0.003	0.01	0.0002	0.002	
GBW07849 高铬镍 铁矿石 4#	认定值	2.00	0.098	0.091	0.80	0.0055	0.095	*10.45
	标准偏差	0.02	0.004	0.004	0.02	0.0004	0.002	
	不确定度	0.02	0.003	0.003	0.01	0.0003	0.002	
GBW07850 高铬镍 铁矿石 5#	认定值	0.81	0.064	0.043	0.40	0.0018	0.025	*11.11
	标准偏差	0.03	0.002	0.002	0.01	0.0003	0.001	
	不确定度	0.02	0.002	0.002	0.01	0.0003	0.001	
GBW07851 高铬镍 铁矿石 6#	认定值	1.48	0.13	0.030	0.78	0.0015	0.082	*11.32
	标准偏差	0.01	0.01	0.002	0.01	0.0004	0.003	
	不确定度	0.01	0.01	0.002	0.01	0.0003	0.002	
GBW07852 高铬镍 烧结矿 1#	认定值	0.81	0.055	0.24	0.50	0.024	0.35	
	标准偏差	0.02	0.002	0.01	0.01	0.002	0.02	
	不确定度	0.02	0.002	0.01	0.01	0.002	0.01	
GBW07853 高铬镍 烧结矿 2#	认定值	1.16	0.066	0.17	0.54	0.017	0.22	
	标准偏差	0.03	0.003	0.01	0.02	0.001	0.02	
	不确定度	0.02	0.003	0.01	0.02	0.001	0.01	

注：表中不确定度为扩展不确定度；高铬镍铁矿 1#~6#中的 S 数据组数为 9，其余均为 8。\*为信息值

#### 四、分析方法

TFe: 三氯化钛还原-重铬酸钾滴定法  
FeO: 重铬酸钾滴定法、电位滴定法  
SiO<sub>2</sub>: 高氯酸脱水重量法  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 铬天青 S 光度法、EDTA 滴定法  
CaO: EDTA 滴定法、高锰酸钾滴定法、ICP-AES 法、FAAS  
MgO: ICP-AES 法、EDTA 滴定法、EGTA-CyDTA 滴定法  
Ni: 丁二酮肟光度法、ICP-AES 法、FAAS 法  
Cr: 二苯碳酰二肼光度法、ICP-AES 法、过硫酸铵氧化滴定法  
Co: FAAS 法、ICP-AES 法、5-Cl-PADAB 光度法  
TiO<sub>2</sub>: 二安替吡啉甲烷光度法、ICP-AES 法  
Mn: 高碘酸钾光度法、FAAS 法、ICP-AES 法  
P: 钼蓝光度法、ICP-AES 法  
S: 燃烧碘量法、硫酸钡重量法、红外线吸收法  
CW: 卡尔费休滴定法、重量法

#### 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) 采用基准方法和其他准确可靠的分析方法，如硅、硫采用重量法，钙、镁、铝、铁采用滴定法。

(3) 检测过程中用有证标准物质 (CRM) 进行测量过程的质量控制。

#### 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。每次使用时应在 105℃烘箱中干燥 1h，取出置于干燥器中冷却至室温后再用。进行 X 射线荧光光谱分析时，若采用直接压片法，应注意样品粒度和标准样品粒度的一致性。每次使用完后及时盖好瓶盖。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

中钢集团天津地质研究院测试中心；中信锦州金属股份有限公司质检中心；宝钢特种材料有限公司特材检测中心；武汉钢铁（集团）公司研究院；鞍钢技术中心理化检验研究所；中国兵器工业五二研究所理化检测中心；上海恒宝冶金检测服务有限公司；山东省冶金产品质量监督检验站；山东省冶金科学研究院标准样品研究所。

#### 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

邮编：250014

电话：0531-88593008

传真：0531-88593009

网址：www.rms.cn