



国家质量监督检验检疫总局批准
GBW (E) 070175-070179

标准物质认定证书

钛精矿成分分析标准物质

**Certified Reference Materials for the
Chemical Composition of Titanium ore concentrate**

定值日期 2017 年 11 月

有效期限 2022 年 10 月

认定机构（或生产单位）：山东省冶金科学研究所

地 址：山东省济南市解放东路 66 号 电 话：0531-88593008

传 真：0531-88593009 e-mail：cassyb@126.com



本系列钛精矿成分分析标准物质总计 5 点，为粉末状，主要用于钛精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

将选取的块状物料先用去掉杂质，以鄂式破碎机粗破碎，再用球磨机研磨，使样品全部通过 180 目的筛网，将筛下物在混样机中以 18r/min 的速度充分混匀。将制好的钛精矿样品包装成最小包装单元，进行均匀性和稳定性检验，检验合格后，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及不确定度。

二、均匀性和稳定性

在包装好的样品中随机取出 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，该标准物质稳定性良好，有效期限定为 10 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)
TiO ₂	硫酸铁铵滴定法	0.30
TFe	三氯化钛-重铬酸钾滴定法	0.20
FeO	重铬酸钾滴定法	0.20
SiO ₂	重量法	0.20
CaO、MgO	火焰原子吸收光谱法	0.10
Al ₂ O ₃ 、MnO、P ₂ O ₅ 、K ₂ O、Na ₂ O	ICP-AES	0.20
C、S	红外吸收法	0.20

三、认定值与不确定度

认定值为各家数据的平均值的均值，扩展不确定度为：

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

其中，S 为定值统计的单次测量标准偏差，n 为数据组数； u_{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_{Its} 为长期稳定性标准不确定度； 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，95% 的置信概率时取 2。具体结果见下表。

认定值、标准偏差及扩展不确定度(k=2) ($\times 10^{-2}$)

编号	元素	TiO ₂	TFe	FeO	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	MnO	S
GBW (E) 070175 钛精矿 139#	认定值	14.12	50.20	24.52	6.88	0.70	2.45	3.29	0.52	0.089
	标准偏差	0.07	0.14	0.08	0.05	0.01	0.03	0.07	0.01	0.003
	不确定度	0.10	0.16	0.10	0.07	0.02	0.05	0.07	0.03	0.005
GBW (E) 070176 钛精矿 140#	认定值	45.10	33.49	36.43	2.97	1.17	1.53	1.79	0.68	1.13
	标准偏差	0.13	0.10	0.08	0.04	0.04	0.02	0.05	0.02	0.05
	不确定度	0.18	0.14	0.10	0.09	0.04	0.05	0.08	0.03	0.05
GBW (E) 070177 钛精矿 141#	认定值	36.78	34.87	35.49	6.78	1.13	2.92	3.20	0.65	0.39
	标准偏差	0.12	0.09	0.12	0.08	0.03	0.03	0.06	0.01	0.02
	不确定度	0.17	0.11	0.13	0.09	0.04	0.04	0.08	0.03	0.03
GBW (E) 070178 钛精矿 142#	认定值	25.78	27.53	24.22	16.25	4.50	2.34	6.28	0.46	2.21
	标准偏差	0.08	0.10	0.15	0.06	0.03	0.04	0.16	0.01	0.06
	不确定度	0.11	0.11	0.16	0.08	0.05	0.05	0.20	0.02	0.07
GBW (E) 070179 钛精矿 147#	认定值	44.93	32.90	18.52	2.34	1.10	0.79	1.44	1.01	0.011
	标准偏差	0.13	0.07	0.08	0.05	0.03	0.03	0.03	0.01	0.001
	不确定度	0.15	0.10	0.10	0.07	0.05	0.04	0.05	0.02	0.002
编号	元素	P ₂ O ₅	K ₂ O	Na ₂ O	Cr ₂ O ₃	V ₂ O ₅	Cu	Ni	C	
GBW (E) 070175 钛精矿 139#	认定值	0.144	0.052	1.09	0.058	0.50	0.0059	0.0090	0.18	
	标准偏差	0.004	0.005	0.04	0.004	0.01	0.0006	0.0007	0.01	
	不确定度	0.008	0.005	0.05	0.005	0.02	0.0006	0.0006	0.02	
GBW (E) 070176 钛精矿 140#	认定值	0.188	0.025	0.053	0.051	0.086	0.016	0.022	0.32	
	标准偏差	0.008	0.005	0.005	0.004	0.003	0.001	0.003	0.01	
	不确定度	0.009	0.005	0.005	0.004	0.003	0.002	0.003	0.03	
GBW (E) 070177 钛精矿 141#	认定值	0.22	0.079	0.11	0.079	0.136	0.0047	0.015	0.26	
	标准偏差	0.01	0.006	0.01	0.002	0.002	0.0004	0.001	0.02	
	不确定度	0.01	0.005	0.02	0.003	0.006	0.0006	0.002	0.02	
GBW (E) 070178 钛精矿 142#	认定值	1.82	0.24	1.52	0.079	0.14	0.033	0.048	0.37	
	标准偏差	0.04	0.01	0.07	0.002	0.01	0.002	0.003	0.01	
	不确定度	0.05	0.02	0.09	0.003	0.01	0.003	0.004	0.01	
GBW (E) 070179 钛精矿 147#	认定值	0.25	0.060	0.033	1.96	0.20	0.0041	0.0081	0.037	
	标准偏差	0.02	0.003	0.003	0.05	0.01	0.0004	0.0004	0.003	
	不确定度	0.02	0.003	0.004	0.06	0.01	0.0004	0.0004	0.003	

注：表中不确定度为扩展不确定度(k=2)；数据组数为8。

四、分析方法

TiO₂: 硫酸铁铵滴定法; ICP-AES

TFe: 三氯化钛-重铬酸钾滴定法

FeO: 重铬酸钾滴定法

SiO₂: 高氯酸脱水重量法; ICP-AES 法; 硫酸亚铁铵-硅钼蓝光度法

CaO: EDTA 滴定法; ICP-AES 法; 原子吸收光度法

MgO: EDTA 滴定法; ICP-AES 法; 原子吸收光度法

Al₂O₃: EDTA 滴定法; ICP-AES 法; 铬天青 S 光度法

MnO: ICP-AES 法; 高碘酸钾光度法; 亚硝酸钠-亚砷酸钠滴定法; 原子吸收光度法

S: 红外吸收法; ICP-AES 法; 燃烧碘量法

P₂O₅: ICP-AES 法; 钼磷钼蓝光度法

K₂O: ICP-AES 法; 原子吸收光度法

Na₂O: ICP-AES 法; 原子吸收光度法

Cr₂O₃: ICP-AES 法; 火焰原子吸收光谱法; 二苯碳酰二肼光度法

V₂O₅: ICP-AES 法; 原子吸收分光光度法

Cu: ICP-AES 法; 原子吸收分光光度法

Ni: ICP-AES 法; 原子吸收分光光度法

C: 红外吸收法; 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, 如二氧化硅钛、全铁、亚铁采用滴定法; 二氧化硅采用重量法; 氧化钙、氧化镁、三氧化二铝采用滴定法。

(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, 贴有标签。每次使用完后及时盖好瓶盖。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

国家钢铁材料测试中心

武汉科技大学标准样品研究所

攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司检测中心

中国冶金地质总局山东局测试中心

中信锦州铁合金股份有限公司

济钢集团计量质检中心

山东省冶金产品质量监督检验站

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