



国家质量监督检验检疫总局批准
GBW11127a ~ GBW11132a

标准物质认定证书

煤灰成分分析标准物质

确认日期： 2019年04月

有效期： 2024年04月

生产单位： 国家煤炭质量监督检验中心

地址： 北京市朝阳区和平里青年沟东路5号1号楼103房间

电话： 010-84262764 传真： 010-84264865

e-mail: mjzxxsb@163.com

联系人： 程萍、刘向坤、陈青

一、概述

本系列包括 6 个不同的煤灰成分标准物质，分别对煤灰中的二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、三氧化硫、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、五氧化二磷的含量进行了定值。本系列标准物质可用于校准仪器，进行分析过程的质量控制及方法评价等。

二、原材料来源和制备工艺

本标准物质采取预选的原煤，经自然干燥、破碎、混匀并全部通过<0.2mm（80 目筛），然后按 GB/T1574—2007《煤灰成分分析方法》中相应规定，将其完全灰化后，混匀、包装成瓶。

三、认定值及不确定度

本系列标准物质采用 9 个合格实验室按规定的试验方法进行协同试验定值。对全部定值试验数据进行数理统计处理后计算出认定值及不确定度，以 $X_T \pm U$ 的形式表达。其中认定值 X_T 为剔除离群值后的总平均值， U 为 95% 概率下的扩展不确定度（ $k=2$ ）。

表 1 认定值和不确定度 确认日期 2019 年 04 月

编 号	认定值及 不确定度	质量分数 ($\times 10^{-2}$)									
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	TiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅
GBW11127a	认定值	46.99	29.45	7.95	8.73	1.03	0.69	1.28	1.16	0.79	0.28
	不确定度	0.21	0.21	0.09	0.27	0.06	0.04	0.03	0.04	0.03	0.02
GBW11128a	认定值	41.11	28.54	13.43	5.30	0.71	5.10	2.62	1.61	0.25	0.11
	不确定度	0.21	0.12	0.22	0.08	0.07	0.15	0.05	0.06	0.01	0.01
GBW11129a	认定值	54.68	28.09	6.04	5.15	1.05	0.49	1.14	1.44	0.52	0.38
	不确定度	0.21	0.11	0.09	0.09	0.09	0.04	0.03	0.06	0.02	0.01
GBW11130a	认定值	59.66	22.90	6.55	4.01	1.31	0.40	1.13	1.53	0.78	0.55
	不确定度	0.24	0.10	0.07	0.08	0.10	0.04	0.03	0.07	0.02	0.03
GBW11131a	认定值	51.24	34.20	4.89	4.73	0.76	0.43	1.26	0.86	0.42	0.25
	不确定度	0.19	0.19	0.13	0.06	0.06	0.04	0.05	0.02	0.04	0.01
GBW11132a	认定值	25.60	10.40	7.17	39.62	3.71	9.04	0.48	0.78	0.83	0.04
	不确定度	0.19	0.13	0.15	0.51	0.05	0.15	0.04	0.03	0.03	0.01

四、均匀性和稳定性检验

随机抽取 15 瓶分装好的样品，采用测定煤灰成分分析中二氧化硅、三氧化铁和三氧化硫的方法进行均匀性检验。试验数据经 F 检验表明，样品的均匀性保证在定值的精度内。测定三氧化硫最小取样量 0.05g，测定其它项目最小取样量 0.10g。

本标准物质长期稳定，有效期暂定 5 年。国家煤炭质量监督检验中心实施跟踪监测，发现认定值有显著变化时通知用户。

五、特性量值的定值方法

特性量值	分析方法
二氧化硅	硅钼蓝分光光度法, 动物胶凝聚质量法
三氧化二铝	氟盐取代 EDTA 络合滴定法
三氧化二铁	钛铁试剂分光光度法, EDTA 络合滴定法, 原子吸收分光光度法
氧化钙	EGTA 络合滴定法, EDTA 络合滴定法, 原子吸收分光光度法
氧化镁	EDTA 络合滴定法, 原子吸收分光光度法
三氧化硫	硫酸钡质量法
二氧化钛	钛铁试剂分光光度法, 过氧化氢分光光度法, 二安替比林甲烷分光光度法
氧化钾	火焰光度法, 原子吸收分光光度法, 等离子体发射光谱法
氧化钠	火焰光度法, 原子吸收分光光度法, 等离子体发射光谱法
五氧化二磷	磷钼蓝分光光度法

六、溯源性描述

9 个合格实验室定值试验前所用仪器设备经过检定或校准, 定值试验过程中用有证标准物质(或溶液)制作校准曲线, 并用有证煤灰成分分析标准物质进行监控, 保证标准物质的量值溯源性。

七、正确使用说明

使用时, 取出适量灰样用玛瑙研钵研细到全部通过 0.1mm (160 目筛孔), 于 $815^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 30min 至质量恒定(质量变化不超过灰样质量的 0.1%) 为止, 再进行称样分析。

八、运输和贮存

本标准物质为塑料瓶包装, 每瓶质量为 30g 左右, 用后应将瓶盖拧紧, 放在阴凉干燥处。

九、定值单位

重庆地质矿产研究院测试中心	山西省地质矿产研究院
广东省质量监督煤炭检验站(广州)	云南省煤炭产品质量监督检验站
淮南矿业集团公司中心试验室	山东泰山矿产资源检测研究院
河南省煤炭质量监督检验中心	国家煤炭质量监督检验中心
	内蒙古自治区煤田地质局科研所

用户使用参考不确定度

用户测定结果与认定值比较时，应使用其测定结果与认定值的合成扩展不确定度作为评价标准。合成扩展不确定度按照以下公式计算，该公式中以相关国家标准规定的重复测定标准差（由重复性限 r 导出）作为单次测量结果的标准不确定度。

$$U_c = 2 \times \sqrt{\left(\frac{U_{CRM}}{2}\right)^2 + \frac{S_r^2}{n}} = 2 \times \sqrt{\left(\frac{U_{CRM}}{2}\right)^2 + \frac{r^2}{8n}}$$

式中：

U_c — 测定值与认定值的合成扩展不确定度；

U_{CRM} — 标准物质认定值的扩展不确定度（见表 1）；

S_r — 所用试验方法的重复测定标准差，由重复性限 r 导出；

n —重复测定次数，一般 $n=2$ 。

表 2 给出了用 GB/T 1574 中相应试验方法对标准物质进行 2 次重复测定所得平均值与认定值的合成扩展不确定度，供用户使用时参考。用其它试验方法测定结果的合成扩展不确定度用户可根据所用试验方法的重复性限按以上公式计算。

表 2 认定值和认定值的合成扩展不确定度（用户使用参考不确定度）

确认日期 2019 年 04 月

编 号	认定值及 不确定度	质量分数 ($\times 10^{-2}$)									
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	TiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	P ₂ O ₅
GBW11127a	认定值	46.99	29.45	7.95	8.73	1.03	0.69	1.28	1.16	0.79	0.28
	不确定度	0.55	0.46	0.22	0.34	0.08	0.11	0.11	0.11	0.06	0.04
GBW11128a	认定值	41.11	28.54	13.43	5.30	0.71	5.10	2.62	1.61	0.25	0.11
	不确定度	0.55	0.42	0.46	0.22	0.09	0.25	0.12	0.12	0.06	0.03
GBW11129a	认定值	54.68	28.09	6.04	5.15	1.05	0.49	1.14	1.44	0.52	0.38
	不确定度	0.55	0.42	0.22	0.22	0.10	0.11	0.11	0.12	0.06	0.03
GBW11130a	认定值	59.66	22.90	6.55	4.01	1.31	0.40	1.13	1.53	0.78	0.55
	不确定度	0.56	0.42	0.22	0.13	0.12	0.11	0.11	0.13	0.06	0.04
GBW11131a	认定值	51.24	34.20	4.89	4.73	0.76	0.43	1.26	0.86	0.42	0.25
	不确定度	0.54	0.45	0.17	0.12	0.08	0.11	0.12	0.06	0.07	0.03
GBW11132a	认定值	25.60	10.40	7.17	39.62	3.71	9.04	0.48	0.78	0.83	0.04
	不确定度	0.54	0.33	0.25	0.65	0.12	0.25	0.07	0.06	0.06	0.03
对应 GB/T1574 规定试验 方法		硅钼 蓝分 光光 度法	氟盐 取代 EDTA 络合 滴定	原子 吸收 分光 光度 法	原子 吸收 分光 光度 法	原子 吸收 分光 光度 法	库 仑 滴 定 法	二安 替比 林分 光光 度法	原子 吸收 分光 光度 法	原子 吸收 分光 光度 法	磷钼 蓝分 光光 度法