有色行业标准（2019-0443T-YS）

二硼化钛粉化学分析方法

 第5部分：氧含量的测定

**脉冲加热惰气熔融-红外吸收法**

编制说明

（送 审 稿）

有色行业标准《二硼化钛粉化学分析方法 第5部分：氧含量的测定 **脉冲加热惰气熔融-红外吸收法**》起草小组 2021年2月

有色行业标准《二硼化钛粉化学分析方法 第5部分：氧含量的测定 **脉冲加热惰气熔融-红外吸收法**》

编制说明

**一、工作简况**

**1.1 任务来源**

根据工信部《工业和信息化部2019年第一批行业标准制修订和外文版项目计划》（工信厅科函〔2019〕126 号）及中国有色金属工业协会《关于下达2019年第三批协会标准制修订计划的通知》（中色协科字[2019]144号）

根据全国有色金属标准化技术委员会“有色标委[2019]2号《2019年有色金属国家标准制（修）订项目计划》，有色标委[2019] 89 号《关于印发《**二**硼化钛粉化学分析方法 第5部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法》等6项标准任务落实会会议纪要的通知》。

标准《二硼化钛粉化学分析方法 第5部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法》由中南大学粉末冶金研究院负责主起草，广东省工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司为独立验证单位；西安汉唐分析检测有限公司、北矿检测技术有限公司、西安宝德九土新材料有限公司、贵州省分析测试研究院为协同验证单位。

项目计划号：2019-0443T-YS，计划完成年限：2021年。

**1.2** **项目概况**

二硼化钛是一种新兴的工程陶瓷材料, 具有极其优异的物理化学性能：高熔点（2980℃）、高硬度（ 34Gpa ）、密度为 4.52g/cm3 耐磨损、抗酸碱、导电性能优良（ ρ=14.4Ω•cm ）、导热性能强（ 25J/m.s.k ）、热膨胀系数小（ 8.1×10-6/℃）。

应用领域

①导电复合材料：用二硼化钛（ TiB2）和氮化硼（ BN ）制作导电氮化硼（蒸发舟）是真空镀铝设备的主要构件；

②陶瓷切削工具及其部件：制造二硼化钛陶瓷用于拉丝模、挤压模、喷砂嘴、密封元件、切削工具等；

③复合陶瓷材料：可作为多元复合材料的重要组元，二硼化钛可与 TiC ， TiN ， SiC 等材料组成切削工具的复合材料，其性能测试已达到国际YG8的标准,可望在切削特种金属和非金属材料得到应用；

④还可作为一种组分制作装甲防护材料，可以用来制造抗氧化涂料和耐磨胶，是各种耐高温件、功能器件的最好材料；

⑤铝电解阴极材料：用作铝电解槽阴极材料，由于 TiB2与金属铝液良好的润湿性使电解铝的耗电量降低，电解槽寿命延长；还可以制作成 PTC 发热材料和柔性PTC 材料，是 A1 、 Fe 、 Cu 等金属材料的强化剂。 二硼化钛对冰晶石氧化铝熔体的耐蚀性较好,所以,在铝工业上有广阔的应用前景。

这些优点使得二硼化钛及其复合材料引起广泛关注，成为了被公认的极具有推广价值和应用前景的高新技术材料。

二硼化钛粉末中氧为主要杂质含量，氧含量高低影响产品质量。以更好地确保标准的先进性，可操作性，促进我国检测技术的进步。对标准YS/T424.5-2000《二硼化钛粉化学分析方法 氧含量的测定》进行修定。同时在国内形成统一的测试方法，保证行业从业人员在开发、生产、科研、检测过程中有法可依，修补有色行业在这一检测方法上的不足。其内容具有更强的先进性及教学指导意义，为有色行业和粉末材料专业的教学、 学术交流、学科发展产生积极的影响，产生很大的社会效益。

**1.3 承担单位情况**

本单位为国家双一流大学中南大学的二级学院粉末冶金研究院，是我国新材料 领域集教学、科研和产业为一体的综合性基地。依托研究院建设有“粉末冶金国家 重点实验室”、“轻质高强结构材料国家级重点实验室”及“粉末冶金国家工程研究 中心”等 3 个国家级基地；研究院辖有 2 个教学系、8 个研究所、5 个实验（检测） 中心。有教职工 300 余人，其中中国工程院院士 3 人，中国科学院院士 1 人，国家 “千人计划”入选者 4 人，国家“长江学者”特聘教授 5 人、讲座教授 4 人，国家 杰出青年基金获得者 4 人，博士生导师 54 人，教授（研究员）51 人。 本单位拥有“材料科学与工程”一级学科国家重点学科，“材料科学与工程” 一级学科博士点和硕士点，建有材料科学与工程博士后科研流动站。现有各类在校 学生 1500 余人，其中博士后研究人员近 50 人，博士研究生 160 余人，硕士研究生 3 400 余人。目前，研究院已培养了 5000 多名各类高级专门人才活跃在高等教育、科 学研究、企业管理以及政府部门等社会领域。 本单位建立了系统的从事材料研究的体系，从材料基础理论研究、应用基础研 究、工程化研究到材料的性能检测评价，包含了材料基础与相图计算、难熔金属与 硬质合金、摩擦减磨材料、粉末高温合金、特种陶瓷材料、轻质合金材料、电工电 子材料、炭基复合材料和航空制动系统等研究领域，研究的材料和系统广泛应用于 航空、航天、兵器、船舶、电子、核工业等工业部门和相关国民经济建设部门。近 年来先后完成了各类国家 863 计划、973 计划、国家自然科学基金、国家科技重大专 项、国防军工等国家级科研项目 500 余项，获国家级和省部级科技奖励 60 余项，其 中国家技术发明（科技进步）一等奖 3 项（次），拥有发明专利 200 多项。 本单位积极推动产学研一体协调发展，以粉末冶金国家工程研究中心为“孵化 器”进行高新技术的产业转化，先后发起组建多家学科性公司，包括 1 家上市公司 —湖南博云新材料股份有限公司，1 家与美国 HONEYWELL 公司组建的合资公司—霍尼 韦尔博云航空系统（湖南）有限公司。 本单位是中国材料研究学会理事长、中国有色金属学会副理事长、中国粉末冶 金联合会（筹）主席单位，在国际材料界影响日增，先后与美国、俄罗斯、英国、 法国、德国、日本、澳大利亚等国家地区的高等学校和科研机构建立了广泛而深入 的学术交流与合作关系。

**1.4 参编单位及主要起草人工作情况**

整个标准起草过程中各参编单位给予了大力的支持帮助。由湖南华威景程材料科技有限公司提供 TiB2粉末样品，由广东省工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、国标（北京）检验认证有限公司等几家单位提供数据的调研验证工作。

标准主要起草人以及分工见表1。

表1 主要起草人以及分工

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **序号** | **联系人姓名** | **工作单位** |  **分工** |
| 1 | 郑灵芝 | 中南大学粉末冶金研究院 | 负责全过程的标准编制、标准起草 |
| 2 | 吴艳华 | 有色金属技术经济研究院 | 负责标准审核、协调工作 |
| 3 | 熊晓燕 | 广东省工业分析检测中心 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 4 | 陈雄飞 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 5 | 杨炳红 | 长沙矿冶研究院有限责任公司 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 6 | 奉冬文 | 中南大学粉末冶金研究院 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 7 | 梁永仁 | 西安宝德九土新材料有限公司. | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 8 | 阮桂色 | 北矿检测技术有限公司 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 9 | 周元敏 | 贵州省分析测试研究院 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 10 | 彭志明 | 湖南华威景程材料科技有限公司 | 负责提供样品、调研、协调工作 |
| 11 | 周恺 | 西安汉唐分析检测有限公司 | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |

**1.5 主要工作过程**

**1.5.1起草阶段**

中南大学粉末冶金研究院接到《二硼化钛粉化学分析方法 第5部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法》标准的制定任务后，立即组织相关技术人员成立了标准编制小组，进行相关资料的查询与收集工作，明确了成员的任务，制订了工作 计划和进度安排。对该产品的相关企业进行收集、分析、研究了国内相关技术资料，对产品标准的可行性进行了对比。此基础上，于2020 年 10月形成了标准的征求意见稿和编制说明。

**1.5.2征求意见阶段**

 2020年10月13日～15日，全国有色金属标准化技术委员会组织在四川雅安召开本标准的讨论会，编制组成员广东省工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司，西安汉唐分析检测有限公司、北矿检测技术有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、西安宝德九土新材料有限公司、贵州省分析测试研究院，以及会单位深圳注成科技股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、雅安化工有限公司、宝钛集团有限公司、水口山有色金属集团有限公司等23家单位41名代表对征求意见稿和编制说明进行了充分、细致地讨论，会上，标准起草单位向与会专家汇报了标准的起草过程、回答专家的质询，听取了专家的修改意见和建议。会议对标准文本、试验报告及验证报告进行分析和讨论，标准的部分参与单位及在场的其他单位提出了修改意见和建议。

编制组通过发函，中国有色金属标准质量信息网上公开等形式对《二硼化钛粉化学分析方法 第5部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法》征求意见稿征询意见。详情见意见汇总处理表，根据征询意见稿的情况，经编制组讨论研究，提出具体修改意见及采纳情况，对征求意见稿进行修改完善，。

历时四个多月终于形成了《二硼化钛粉化学分析方法 第5部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法》送审稿。

**1.5.3审查阶段**

**1.5.4报批阶段**

**二、标准的制定原则、主要内容与依据**

**2.1 标准修定的原则及必要性**

该标准制订的程序和格式严格按照GB/T1.1、GB/T1.2、GB/T20001.4和《有色金属冶炼产品、加工产品、化学分析方法国家标准、行业标准编写示例》的要求编写。

在标准YS/T424.5-2000《二硼化钛粉化学分析方法 氧量的测定》的基础上进行修改。同时遵循了满足用户需求、技术内容合理、检测方法便于操作的原则，充分考虑生产单位、使用单位及相关方面的意见。本标准没有对应现行国际标准，本标准修订后将推动国内相关行业的业务交流和技术进步。

**2.2 标准适用范围**

本部分适用于二硼化钛粉末中氧含量的测定。测定范围：不大于5.0%。

2.3**标准修定的内容及修订原因说明**

本部分代替YS/ T424.5-2000《二硼化钛粉末化学分析方法 氧量的测定》,除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

2.3.1为了使分析人员增强安全意识故增加了警示；“使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。”

2.3.2随着分析仪器的更新和换代以及多家仪器生产的型号不同，原旧标准中的仪器使用说明已不适用；只要仪器能满足分析的要求，故不需限定哪个型号的分析仪，故更改了仪器工作条件和参数。

2.3.3因为原标准中样品称样量太大，锡囊和镍蓝都不够大，且原标准中的称样量经过多次试验，样品燃烧不充分，结果不稳定，，故样品称样量都必须适当减少，故修改了标准中“称样量表1”

2.3.4修改了标准样品要求：“氧含量为0.02%～0.1%”修改为 “选择与试样成分、含量相近的有证系列标准样品或其他适用标准样品。”

2.3.5镍篮的处理比较麻烦，一次多处理一点，可以将镍篮浸泡在丙酮溶液中备用，用之前取出风干

2.3.6为了统一分析方法修改了测量次数（三次修改为两次）

 2.3. 7 “试样应不大于0，074 mm”更改了样品要求“样品为粉末状，粒度应不大于0.104 mm”。

2.3.8增加了4“或氧氮（氢）分析仪”

2.3.9“工作条件参照附录A”修改了“工作条件参照仪器说明书”；

2.3.10 整合大家的条件试验有了镍蓝，无需石墨粉。故删除了6.2中“向石墨坩埚中加入0.2g石墨粉

2.3.11删除了6.2.1中“按附录A确定测定条件并删除了原标准中的附录A“仪器的工作条件要求”

2.3.12按试验报告所要求故增加了试验报告条款。

**三. 标准修定内容的确定依据及主要实验和验证情况**

中南大学粉末冶金研究院组织相关人员对脉冲加热惰气熔融**-**红外吸收法测定二硼化钛中氧含量进行了试验研究，以及验证单位也进行了试验验证，试验及验证情况如下：

**3.1助熔剂-镍蓝量的选择**

二硼化钛属于高温难熔金属粉末，如果不加助熔剂，会出现氧释放曲线拖尾，熔体不平滑，释放不完全等现象。常用的助熔剂有铂、锡、铜、镍，铂因价格昂贵而很少使用; 铜的助熔效果不理想;锡助熔效果 好于铜也有助于气体释放，但其燃烧后会产生大量粉尘，容易堵塞炉膛和气路; 镍助熔效果好，溶体平滑，气体释放完全，另一方面，镍能降低金属的蒸气压，减少金属挥发物对释放气体的吸附损失，试验采用锡囊（0.05克/个）包裹样品，再放入镍蓝中，样品量为0.1克，包裹不同量的镍蓝，中南大学粉末冶金研究院实验结果列于表2，广东省工业分析检测中心实验结果列于表3。

表2 氧含量与不同量的镍蓝关系（中南大学粉末冶金研究院）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 镍蓝（g） | 0.3 | 0.5 | 0.7 | 1.0 |
| 样品氧量值 (%) | 1.215，1.2031.189，1.207 | 1.304，1.2971.287，1.301 | 1.306，1.3091.311，1.304 | 1.309，1.3081.304，1.310 |
| 测试后石墨坩埚内部状况 | 结果不稳定，燃烧后坩埚底部也不平滑 | 结果稳定，燃烧后坩埚底部平滑 | 结果稳定，燃烧后坩埚底部平滑 | 结果稳定，燃烧后坩埚底部平滑 |

从试验结果看，镍蓝重量：样品量≥7：1即可。

广东省工业分析检测中心采用常用助熔剂锡、镍进行试验，结果表明：仅用锡囊不能让样品产生好的燃烧效果，释放曲线严重拖尾；镍助熔效果好，熔体平滑，气体释放完全。用镍囊、锡囊+镍篮两种助熔方式、合并改变称样量进行试验，结果见表3。

表3 助熔剂、称样量选择（广东省工业分析检测中心）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 称样量/g | 锡囊+镍篮 | 镍囊 |
| 氧含量/% | 熔体、出峰情况 | 氧含量/% | 熔体、出峰情况 |
| 0.05 | 1.580 1.560 | 熔体平滑，峰形好 | 1.600 1.593 | 熔体平滑，峰形好 |
| 0.08 | 1.591 1.602 | 熔体平滑，峰形好 | 1.603 1.587 | 熔体平滑，峰形好 |
| 0.10 | 1.619 1.583  | 熔体平滑，峰形好 | 1.593 1.618 | 熔体较平滑，峰形好 |
| 0.15 | 1.589 1.597 | 熔体较平滑，峰形好 | 1.621 1.572 | 熔体不平滑，峰形好 |

当称样量在0.0Xg时，镍囊助熔效果和镍篮相当，样品熔融完全；当称样量为0.1~0.15g时，因镍囊质量较小，助熔效果较锡囊+镍篮差。与起草单位研究报告中，镍助熔剂：样品量≥7：1结论一致。

从称样量变化情况可以看出：锡囊+镍篮助熔时，称样量不大于0.10g，样品熔融效果好，出峰曲线顺畅，氧含量重复性好

**3.2称样品量与对氧含量的影响**

通常分析中使用的助熔剂的量是有限的，称样量太多会影响熔化效果，使氧释放不完全;称样量太少不能准确代表样品中氧含量，所以合适的助熔剂与称样量的比对分析结果有很大的影响。考虑到镍蓝的容量和标样的氧含量，控制称样量在0.04～0.12 g范围内变化，对4#样品进行试验，每种情况平行测定4次，观看试验情况，以确定最佳称样量，试验结果见表 4。

表4 称样品量与对氧含量的影响

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 称样量（g） | 0.040 | 0.060 | 0.080 | 0.10 | 0.11 | 0.12 |
| 氧含量（%） | 1.298, 1.3041.318, 1.309 | 1.310，1.3031.307, 1.305 | 1.301，1.2951.310，1.312 | 1.306，1.3011.305, 1.307 | 1.283, 1.2681.273 ,1.266 | 1.253 ,1.2681.276, 1.264 |
| 平均值（%） | 1.307 | 1.306 | 1.304 | 1.305 | 1.272 | 1.265 |
| RSD（%） | 0.83 | 0.62 | 0.60 | 0.51 | 0.60 | 0.77 |
| 测试后石墨坩埚内部状况 | 结果稳定，燃烧后坩埚底部平滑 | 结果稳定，燃烧后坩埚底部平滑 | 结果还稳定，燃烧后坩埚底部也还平滑 | 结果稳定，燃烧后坩埚底部也不太平滑 | 结果不稳定，燃烧后坩埚底部不平滑 | 结果不稳定，燃烧后坩埚底部不平滑 |

结果表明，称样量在 0.04～0.1 g 变化时，样品中氧含量测定结果基本稳定。当称样量 ＞0.1 g 时，也就是镍蓝与称样量的比值小于 5∶1时，氧含量测定结果明显降低，说明样品熔化不完全; 当样品量小于 0.06 g，也就是助熔剂和称样量比值大于10 时，样品熔化效果较好，但因样品质量太少，相对标准偏差较大，且不容易称量操作。故本实验中称样量取0.1 g 为宜，镍蓝与称样量的比在6∶1 ～10∶1较好。

**3.3标准样品的值对氧含量的影响**

称样量约为0.1克，采用不同的标准样校准氧氮氢仪，对样品的氧含量结果有什么样的影响，中南大学粉末冶金研究院实验结果列于表5，广东省工业分析检测中心实验结果列于表6。

表5 不同标准样品对结果影响（%）（中南大学粉末冶金研究院）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标样及标准氧量值 | 钢标样（1.0g）0.0234 | 铜标样（1.0g）0.35 | 钛粉标样（0.2g）0.11 | 钽粉标样（0.1g）1.41 | 铌粉标样（0.1g）0.26 |
| 样品氧量值 | 1.295，1.2941.287，1.290 | 1.283，1.2861.276，,1.285 | 1.306，1.3081.312，1.304 | 1.308，1.3101.314，1.305 | 1.310，1.3121.316，1.307 |
| 平均值（%） | 1.292 | 1.282 | 1.308 | 1.309 | 1.309 |
| RSD（%） | 0.37 | 0.45 | 0.41 | 0.46 | 0.39 |

表6　不同标准样品对结果影响（广东省工业分析检测中心）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标准样品 | 铁粉（0.1g） | 铜标样（1.0g） | 钛合金标样（0.12g） |
| 氧含量标准值/% | 0.69 | 0.0883 | 0.306 |
| 样品氧量值/% | 1.619 1.583 | 1.588 1.553 | 1.603 1.568 |
|  |

理论上讲标准样与样品基体越相近，标样氧量值（%）与样品氧量值（%）越接近，结果越准确。但在无同样的基体和相近的标准样品时，检测结果也可以作为参考

**3.5 验证情况统计表**

编制组统计汇总了4家检测单位，按《二硼化钛粉化学分析方法 第5部分：氧含量的测定脉冲加热惰气熔融-红外吸收法》标准要求检测4个批次的二硼化钛粉中的碳含量，大量的 检测数据证明脉冲加热惰气熔融-红外吸收法测定二硼化钛粉中的氧含量标准的广泛性和适用性，为本部分文件的修订奠定了坚实的基础。

表7　中南大学粉末冶金研究院试验数据统计表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  样品号检测次数 | 1# | 2# | 3# | 4# |
| 1 | 1.414 | 1.556 | 1.653 | 1.605 |
| 2 | 1.416 | 1.574 | 1.539 | 1.619 |
| 3 | 1.419 | 1.530 | 1.642 | 1.614 |
| 4 | 1.425 | 1.576 | 1.637 | 1.604 |
| 5 | 1.424 | 1.569 | 1.647 | 1.598 |
| 6 | 1.419 | 1.564 | 1.653 | 1.687 |
| 7 | 1.417 | 1.548 | 1.647 | 1.614 |
| 8 | 1.409 | 1.563 | 1.643 | 1.608 |
| 平均值 | 1.418 | 1.560 | 1.633 | 1.606 |
| SD | 0.0052 | 0.0065 | 0.0060 | 0.0102 |
| RSD | 0.39 | 0.38 | 0.41 | 0.78 |

表8 广东省工业分析检测中心试验数据统计表

|  |  |
| --- | --- |
| 实验人员 |   |
| 选用仪器型号 | TCH600（LECO） | 选用仪器国别 | 美 国 |
| 样品收到日期 | 2020.6 | 样品测试日期 | 2020.7 |
| 测试环境条件 | 温度：24℃ 湿度：45% | 仪器购置时间 | 2009年 |
| 样 品 编 号 | 1# | 2# | 3# | 4# |
|  测 定 结 果/ % | 1.421 | 1.566 | 1.641 | 1.622 |
| 1.419 | 1.571 | 1.644 | 1.595 |
| 1.418 | 1.580 | 1.610 | 1.637 |
| 1.400 | 1.567 |  1.608 | 1.602 |
| 1.360 | 1.593 | 1.635 | 1.599 |
| 1.419 | 1.564 | 1.617 | 1.624 |
| 1.389 | 1.584 | 1.631 | 1.613 |
| 1.392 | 1.544 | 1.624 | 1.615 |
| 平 均 值/% | 1.402 | 1.571 | 1.626 | 1.613 |
| 偏 差/% | 0.022 | 0.015 | 0.014 | 0.015 |
|  RSD/% | 1.54 | 0.95 | 0.85 | 0.89 |
| 结 论 | 同意推荐为行业标准分析方法 |
| 建议 | 该类样品若氧含量较易发生变化，应考虑在方法中说明样品保存方式 |

表9 长沙矿冶研究院有限责任公司试验数据统计表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  样品号检测次数 | 5# | 6# | 7# | 8# |
| 1 | 1.486 | 1.879 | 2.088 | 1.536 |
| 2 | 1.406 | 1.887 | 2.147 | 1.520 |
| 3 | 1.421 | 1.916 | 2.086 | 1.493 |
| 4 | 1.467 | 1.835 | 2.101 | 1.515 |
| 5 | 1.447 | 1.853 | 2.057 | 1.512 |
| 6 | 1.407 | 1.826 | 2.129 | 1.488 |
| 7 | 1.431 | 1.864 | 2.072 | 1.505 |
| 平均值 | 1.438 | 1.866 | 2.097 | 1.510 |
| SD | 0.030 | 0.031 | 0.031 | 0.016 |
| RSD | 0.024 | 0.017 | 0.015 | 0.011 |

表10 国标（北京）检验认证有限公司试验数据统计表

|  |  |
| --- | --- |
| 验证单位 | 国标（北京）检验认证有限公司 |
| 样品编号 | 5# | 6# | 7# | 8# |
| 测定结果% | 1 | 1.529 | 1.942 | 2.123 | 1.595 |
| 2 | 1.535 | 1.911 | 2.122 | 1.609 |
| 3 | 1.541 | 1.920 | 2.186 | 1.574 |
| 4 | 1.539 | 1.932 | 2.056 | 1.574 |
| 5 | 1.531 | 1.945 | 2.089 | 1.568 |
| 6 | 1.536 | 1.924 | 2.093 | 1.587 |
| 7 | 1.534 | 1.928 | 2.165 | 1.584 |
|  | 8 | 1.529 | 1.930 | 2.122 | 1.582 |
| 平均值，% | 1.4.1.529 | 1.929 | 2.120 | 1.584 |
| 标准偏差，% | 0.006 | 0.011 | 0.042 | 0.013  |
| RSD，% | 0.4 | 0.6 | 2.0 | 0.9 |
| 试验结论 | 该方法能够满足二硼化钛粉末中氧含量的测定要求，建议推荐为行业标准分析方法。 |
| 建议 | 1.建议增加方法检出限。2.建议采用镍箔包覆样品。3.建议保留根据不同的氧含量称取样品。 |

表11 各验证单位碳含量试验数据统计表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 中南大学粉末冶金研究院氧含量平均值（wt %） | 广东省工业分析检测中心氧含量平均值（wt %） | 国标（北京）检验认证有限公司氧含量平均值（wt %） | 矿冶研究院有限责任公司氧含量平均值（wt %） |
| 1# | 1.418 | 1.402 |  |  |
| 2# | 1.560 | 1.571 |  |  |
| 3# | 1.633 | 1.626 |  |  |
| 4# | 1.606 | 1.613 |  |  |
| 5# |  |  |  1.529 | 1.438 |
| 6# |  |  | 1.929 | 1.866 |
| 7# |  |  | 2.120 | 2.097 |
| 8# |  |  | 1.584 | 1.510 |

从各验证试验结果的ＲＳＤ均小于５.０％，结果稳定可靠，本方法精密度较高，各水平样品分析数据的相对标准偏差（变异系数）满足GB/T 27417-2017的实验室内变异系数要求。

本部分标准有4家单位针分别对8个试样进行了检测验证，验证表明了《二硼化钛粉化学分析方法 第5部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法》修订，使标准更好地为科研、生产、检测、应用等方面提供最基本的技术标准依据。

本部分标准规定的测试范围0.010%-4.00%，由于试样有限，不能提供大范围的试样，故文件中未能提出精密度要求，仍然采用允许差。

四、与现行法律法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

现行的法律法规、本标准与现行法律法规、强制性国家标准无冲突。

本标准是YS/T 424《二硼化钛化学分析方法》系列标准的组成部分。

五、标准中涉及专利情况

本标准起草过程中，如果涉及到专利和知识产权时请使用单位与专利和知识产权方协商，本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

 无。

七、作为推荐性标准的建议

本标准为二硼化钛化学分析方法标准之一，适用于二硼化钛中氧含量的测定。建议作为推荐性行业标准发布实施。

八、贯彻标准的要求和措施建议

 无。

九、废止现行有关标准的建议

 无。

十、其他事项

 无。

**标准征求意见稿意见汇总处理表**

|  |  |
| --- | --- |
| 标准项目名称：二硼化钛粉化学分析方法 第5部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法 | 承办人：郑灵芝 |
| 标准项目负责起草单位：中南大学 | 电话：0731-88876204 2021年2月20日填写 |

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 文件章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 | 前言、引言 | 对内容做了编辑性修改 | 全国有色金属标准化委员会粉末冶金分技术委员会 有色金属技术经济研究院 | 采纳 |  |
| 2 |  | 增加方法名称“脉冲加热惰气熔融-红外吸收法” | 北矿检测技术有限公司 | 采纳 |  |
| 3 |  | 增加“警示**--**使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件**”** | 西安汉唐分析检测有限公司 | 采纳 |  |
| 4 | 前言 | 主要技术变化重新编辑 | 广东省工业分析检测中心 | 采纳 |  |
| 5 | 5 | 试剂和材料：液体试剂放前，固体放后 | 全国有色金属标准化委员会粉末冶金分技术委员会 有色金属技术经济研究院 | 采纳 |  |
| 6 | 5.9 | 气体表示为：“体积分数不小于” | 深圳注成科技股份有限公司 | 采纳 |  |
| 7 | 5.11 | 标准样品增加“或其他适用标准样品” | 国标（北京）检验认证有限公司 | 采纳 |  |
| 8 | 8.4.2 | “自动”校正””修改为“按仪器说明书中“自动”校正步骤进行操作” | 矿冶研究院有限责任公司 | 采纳 |  |
| 9 | 8.5.1. | “0.20 克”修改为“0.20 g” | 国标（北京）检验认证有限公司 | 采纳 |  |
| 10 | 8.5.2 | “注：取三份进行标定”修改为“平行标定两份” | 全国有色金属标准化委员会粉末冶金分技术委员会 有色金属技术经济研究院 | 采纳 |  |
| 11 | 5.10 |  | 贵州省分析测试研究院 |  | 无意见 |
| 12 |  |  |  |  | 无意见 |
|  |  |  | 浙江华友钴业股份有限公司 |  | 无意见 |
| 13 |  |  | 宝钛集团有限公司 |  | 无意见 |
| 14 |  |  | 水口山有色金属集团有限公司 |  | 无意见 |
| 15 |  |  | 西安宝德九土新材料有限公司雅安化工有限公司 |  | 无意见 |

说明：⑴发送征求意见稿的单位数：13个；

⑵收到征求意见稿后，回函的单位数：13个；

⑶收到征求意见稿后，回函并有建议或意见的单位数：7个

⑷没有回函的单位数：0个