有色行业标准（2019-0442T-YS）

二硼化钛粉化学分析方法

第4部分：碳含量的测定

高频燃烧红外吸收法

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4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法》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4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法》

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4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法》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4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法》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：2019-0439T-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。

二硼化钛粉末中碳为主要杂质含量，碳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/T424.4-2000《二硼化钛粉化学分析方法 碳量的测定》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下表1

表1 分工表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **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 | 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 |
| 4 | 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 |
| 5 | 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 |
| 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4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法》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，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4部分：碳含量的测定高频燃烧红外吸收法》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4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法》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**

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。

本部分是在标准YS/T424.4-2000《二硼化钛粉化学分析方法 碳量的测定》的基础上进行修定而成。同时充分考虑了生产企业、使用单位及相关个方面的意见和建议。更好地确保标准的先进性，促进我国检测技术的进步。使本部分更加符合行业标准的规范，标准内容更加严谨，实践指导性更强。

**2.2 标准适用范围**

本部分适用于二硼化钛粉末中碳含量的测定。测定范围：0.010%～4.0%。

2.3**标准修定的内容及修订原因说明**

本部分代替YS/ T424.4-2000《二硼化钛粉末化学分析方法 碳量的测定》,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原标准中的称样量1.000g,经过多次试验，样品燃烧不充分，结果不稳定，修改为称样量（0.10～0.20）g

2.3.4修改了标准样品要求：“含碳量0.030%～4.00%”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为了统一分析方法修改了测量次数（三次修改为两次）

2.3.6试样若太粗燃烧不充分，结果不稳定，更改了样品要求“样品为粉末状，粒度应不大于0.104 mm”。

2.3.7原标准中空白的校正是加入标准钢样，实际空白应是不加标准和试样，只加助熔剂的值，故更改了“8.4.4 空白的校正”。

2.3.8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高频感应炉燃烧红外吸收法测定二硼化钛中碳含量进行了试验研究，以及一验单位也进行了试验验证，试验及验证情况如下：

**3.1 助熔剂种类的选择**

二硼化钛粉为难熔粉末在高频感应线圈中燃烧效率低，不能使碳完全释放。为达到准确检测的目的，通常在样品测定时加入助熔剂。助熔剂燃烧时会提高炉温进而提升熔样速率，且助熔剂还兼具增加样品流动性，稀释样品令气体更易逸出的作用。常用的助熔剂类型有钨粒、铁粒、钨+铁、钨+铁+锡，对样品所起的辅助作用也不同。于5个空坩埚中称取等量样品后，分别加入1.5克量的钨粒、铁粒、钨+铁、钨+铁+锡、助熔剂，在仪器相同的工作条件下平行测定 4 次，样品燃烧和红外吸收情况，以及碳含量测定结果见表2。

表2 碳含量与不同的助熔剂的关系

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 助熔剂 | 纯铁粒 | 纯钨粒 | 钨铁铜混合助熔剂（1+1+1） | 铁钨混合助熔剂（1+1） | 铁钨锡混合助熔剂（1+1+1） |
| 样品碳量值  (%) | 0.2345，0.2261  0.2148，0.2196 | 0.2095，0.2103  0.2105，0.2104 | 0.2300，0.2213  0.2157，0.2087 | 0.2271，0.2269  0.2305，0.2245 | 0.2266，0.2254  0.2303，0.2254 |
| RSD（%）） | 3.51 | 0.69 | 1.51 | 0.94 | 0.87 |
| 燃烧及坩埚情况 | 燃烧很好，但容易飞溅，坩埚底部有小孔，有穿底的迹象 | 燃烧不好，峰值出现双峰，碳值可能偏低 | 燃烧还好，但燃烧时熔剂易溢出 | 燃烧很好，结果也稳定，燃烧后坩埚底部平滑 | 燃烧很好，结果也稳定，燃烧后坩埚底部平滑，不过粉尘较多 |

由表4 可知，选用钨+铁助熔剂，样品燃烧完全，燃烧后坩埚内表面光滑，碳的红外吸收情况较好，测定结果的相对标准偏差满足分析要求

**3.2助熔剂量的选择**

助熔剂的量也影响二硼化钛粉碳含量测定结果，助熔剂加入量过多，坩埚中样品由于燃烧过于剧烈而喷溅溢出，污染石英炬管和陶瓷热保护套，严重时将损坏燃烧管；助熔剂加入量过少，样品燃烧烧不充分，碳不能完全释放，会使结果偏低。通过改变助熔剂的量，采用铁钨混合助熔剂（1+1）在仪器相同的工作条件下平行测定 4 次，样品燃烧和红外吸收情况，以及碳含量测定结果情况如表2

表3碳含量与不同量的助熔剂的关系

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 铁钨混合助熔剂（1+1）（g） | 0.5 | 1.0 | 1.2 | 1.5 | 2.0 | 2.5 |
| 样品碳量值 (%) | 0.2045，0.1736  0.187，,0.1934 | 0.2105，0.2036  0.1968，0.1876 | 0.2201，0.2156  0.2247,0.2169 | 0.2291,0.2287  0.2301,0.2278 | 0.2306,0.2307  0.2257,0.2259 | 0.2195,0.2256  0.2187,0.2269 |
| RSD（%） | 6.80 | 4.90 | 1.85 | 0.42 | 0.89 | 1.67 |
| 燃烧及坩埚情况 | 燃烧很不好，碳值可能偏低 | 燃烧不好，碳值可能偏低 | 燃烧不好，碳值可能偏低 | 燃烧很好，结果也稳定，燃烧后坩埚底部平滑 | 燃烧很好，结果也稳定，燃烧后坩埚底部平滑 | 燃烧很好，但坩埚有穿底的迹象 |

从表3可以看出，用1.5ｇ(铁+钨)作为助熔剂时，燃烧效果最佳、测定值最接近且标准偏差较小，所以实验选择助熔剂用量为1.5克铁钨混合助熔剂。

**3.3称样品量与对碳含量的影响**

通常分析中使用的助熔剂的量是有限的，称样量太多会影响燃烧效果，使碳释放不完全;称样量太少不能准确代表样品中碳含量，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。

表4称样品量与对碳含量的影响

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 称样量（g） | 0.050 | 0.10 | 0.15 | 0.20 | 0.25 | 0.30 |
| 碳含量（%） | 0.2411，0.2632  0.2431, .2537 | 0.2381，,0.2469  0.2367，,0.2309 | 0.2332,0.2337  0.2369,0.2439 | 0.2271,0.2359  0.2287,0.2197 | 0.2241,0.2054  0.2067,0.1903 | 0.2021,0.1746  0.1937,0.1845 |
| RSD（%） | 5.74 | 2.69 | 1.08 | 1.26 | 6.03 | 7.49 |

从试验数据来看，样品量为0.1-0.2克比较合适。

**3.4标准样品的值对碳含量的影响**

仪器在安装和使用中以建立的标准曲线，在平时测试样品时，一般采用单点标准样品对仪器曲线进行校正。称样量均为0.2克，采用不同的标准校准碳硫仪看对2#样品的碳含量结果的影响？

表5 标准样品的值对碳含量的影响 （%）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标样碳量值 | GBW01340  C=0.089 | GBW01610  C=0.137 | YSBC28314  C=0.224 | GBW0.1301  C=0.91 | LECO501-024  C=3.35 |
| 2#样品碳量值 | 0.2515，0.2542  0.2601，0.2587 | 0.2431，0.2444  0.2472，0.2317 | 0.2321，0.2354  0.2373，0.2392 | 0.2272，0.2310  0.2295，0.2363 | 0.2158，0.2191  0.2212，0.2178 |
| RSD（%） | 2.13 | 2.45 | 1.02 | 1.43 | 2.67 |

试验结果看，标样碳量值（%）与样品碳量值（%）越接近，结果越准

**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4部分：碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》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高频感应炉燃烧红外吸收法测定二硼化钛粉中的碳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6　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 | 0.0462 | 0.2306 | 0.3610 | 0.2216 |
| 2 | 0.0466 | 0.2291 | 0.3616 | 0.2243 |
| 3 | 0.0578 | 0.2271 | 0.3596 | 0.2196 |
| 4 | 0.0487 | 0.2266 | 0.3562 | 0.2213 |
| 5 | 0.0491 | 0.2298 | 0.3643 | 0.2215 |
| 6 | 0.0473 | 0.2308 | 0.3546 | 0.2193 |
| 7 | 0.0467 | 0.2287 | 0.3651 | 0.2236 |
| 8 | 0.0460 | 0.2245 | 0.3563 | 0.2146 |
| 平均值 | 0.0473 | 0.2284 | 0.3598 | 0.2207 |
| SD | 0.11 | 0.23 | 0.39 | 0.30 |
| RSD | 2.28 | 1.08 | 1.02 | 1.37 |

表7 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 | 1# | 2# | 3# | 4# |
| 1 | 0.0416 | 0.2199 | 0.3393 | 0.2248 |
| 2 | 0.0427 | 0.2148 | 0.3458 | 0.2227 |
| 3 | 0.0442 | 0.2150 | 0.3413 | 0.2267 |
| 4 | 0.0425 | 0.2123 | 0.3472 | 0.2174 |
| 5 | 0.0453 | 0.2188 | 0.3381 | 0.2235 |
| 6 | 0.0419 | 0.2257 | 0.3464 | 0.2414 |
| 7 | 0.0424 | 0.2155 | 0.3456 | 0.2271 |
| 8 | 0.0423 | 0.2201 | 0.3490 | 0.2251 |
| 平均值 | 0.0429 | 0.2179 | 0.3441 | 0.2261 |
| SD | 0.0012 | 0.0044 | 0.0040 | 0.0069 |
| RSD | 0.029 | 0.022 | 0.012 | 0.033 |

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 | CS600（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  /  % | 0.0431 | | 0.2224 | 0.3635 | 0.2237 |
| 0.0461 | | 0.2271 | 0.3618 | 0.2215 |
| 0.0455 | | 0.2306 | 0.3547 | 0.2213 |
| 0.0452 | | 0.2370 | 0.3550 | 0.2179 |
| 0.0440 | | 0.2320 | 0.3531 | 0.2176 |
| 0.0455 | | 0.2315 | 0.3496 | 0.2212 |
| 0.0469 | | 0.2254 | 0.3631 | 0.2208 |
| 0.0463 | | 0.2237 | 0.3572 | 0.2217 |
| 平 均 值/% | 0.0453 | 0.2287 | | 0.3573 | 0.2207 |
| 偏 差/% | 0.0013 | 0.0050 | | 0.0051 | 0.0021 |
| RSD/% | 2.75 | 2.16 | | 1.43 | 0.92 |
| 结 论 |  | | | | |
| 建议 | 建议增加使用钨、锡、铁助熔剂（非混合助熔剂。 | | | | |

表9 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 | | | |
| 验证人员 | | | 王长华 贾国斌 付鹏飞 | | | |
| 选用仪器型号 | | CS844 | 选用仪器国别 | | 美国 | |
| 样品收到日期 | | 2020年6月 | 样品测试日期 | | 2020年6月 | |
| 样品编号 | | 1# | 2# | 3# | | 4# |
| 测  定  结  果  % | 1 | 0.0479 | 0.2231 | 0.3514 | | 0.2150 |
| 2 | 0.0462 | 0.2152 | 0.3566 | | 0.2237 |
| 3 | 0.0481 | 0.2229 | 0.3467 | | 0.2265 |
| 4 | 0.0474 | 0.2241 | 0.3669 | | 0.2198 |
| 5 | 0.0467 | 0.2215 | 0.3566 | | 0.2264 |
| 6 | 0.0492 | 0.2235 | 0.3482 | | 0.2256 |
| 7 | 0.0488 | 0.2264 | 0.3569 | | 0.2271 |
| 平均值，% | | 0.0478 | 0.2224 | 0.3548 | | 0.2234 |
| 标准偏差，% | | 0.0011 | 0.0035 | 0.0068 | | 0.0045 |
| RSD，% | | 2.3 | 1.6 | 1.9 | | 2.0 |
| 试验结论 | | 该方法能够满足二硼化钛粉末中碳含量的测定要求，建议推荐为行业标准分析方法。 | | | | |

表10 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碳含量平均值（wt %） | 国标（北京）检验认证有限公司碳含量平均值（wt %） | 矿冶研究院有限责任公司碳含量平均值（wt %） | 广东省工业分析检测中心碳含量平均值（wt %） |
| 1# | 0.0473 | 0.0478 | 0.0429 | 0.0453 |
| 2# | 0.2284 | 0.2224 | 0.1979 | 0.2287 |
| 3# | 0.3598 | 0.3548 | 0.3241 | 0.3573 |
| 4# | 0.2207 | 0.2234 | 0.2061 | 0.2207 |

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家单位针对4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4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法》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，适用于二硼化钛中碳含量的测定。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4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法 | 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1月10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“高频燃烧红外吸收法” | 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“0.10～0.20 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