无定形硼粉 总硼含量的测定

编制说明

（送审稿）

《无定形硼粉 总硼含量的测定》**标准编制说明**

一、工作简况

1.1 任务来源

根据工业和信息化部办公厅关于印发“2020年第三批行业标准制修订和外文版项目计划的通知”（工信厅科函〔2020〕263号）的文件精神，行业标准《无定形硼粉 总硼含量的测定》由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口，项目计划编号：2020-1563T-YS，由矿冶科技集团有限公司牵头起草，该标准计划完成年限2022年。

1.2 本标准所涉及的产品简况

无定形硼粉是一类重要的精细化工产品，主要应用于航天、兵器、核工业、化工、冶金及陶瓷等多个领域，特别是作为高能固体燃料、火炸药、高温抗氧化涂层、核反应堆的控制棒及火工产品点火剂等关键原材料，年需求量已超过10吨，且后期需求逐年上升。目前，不同领域使用无定硼粉均要求提供总硼含量指标，但国内尚无该产品的总硼含量测定标准或同类标准。而美国于上世纪60年代发布了ARMY-MIL-B-51092-1962标准，该标准规定了无定形硼粉产品技术要求，且在附录中涉及了碱溶硼粉测定总硼含量的方法，但该方法经过国内无定形硼粉生产单位和用户单位试验验证，碱溶样过程中会在烧结后的坩埚上残留少量未溶物，直接影响检测结果的准确性。因此，国内无定形硼粉生产单位和使用单位多采用各自内部形成的酸溶样品的方法进行检测，但由于各单位具体检测方法不对标，缺少统一的标准，检测结果存在一定差异，给产品质量控制和供需双方订货带来非常大的不便，也不利于无定形硼粉的稳定应用。因此，规范无定形硼粉中总硼含量的测定方法已成为供需双方的迫切需求，有必要编制该产品的行业标准。

本标准的制定可对无定形硼粉中总硼含量的测定方法进行规范，产品标准GJB 9802-2020《无定形硼粉规范》已于2020年8月1日正式发布实施，标准中规定了不同规格无定形硼粉中的总硼含量，但目前国内针对无定形硼粉总硼含量的测定还没有配套相应的化学分析方法标准。为了使产品标准更具有可操作性，为军工和民用领域供货提供总硼含量检测依据，为不同行业产品的质量控制提供技术保障，非常有必要制订无定形硼粉总硼含量测定的分析方法标准，以在行业内形成统一的测试评价方法，增加检测结果的可靠性和可比性，因此，本标准的制定具有重要意义。酸溶电位滴定法具有方法快速、准确度高、误差小等优点，本标准选择酸溶电位滴定法

1.3 主要参加单位和工作组成员及其工作

本文件起草单位有：矿冶科技集团有限公司、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、湖北航天化学技术研究所、北矿新材科技有限公司、广东省科学院工业分析检测中心。

矿冶科技集团有限公司负责统一样品的收集和分发，分析方法的实验研究，样品测试结果的收集和处理，标准文本、试验报告和编制说明的撰写。北矿检测技术有限公司国标（北京）检验认证有限公司为一验单位，负责对试验报告中的条件实验进行验证，提供精密度和准确度测试数据，并对标准文本提出修改意见。湖北航天化学技术研究所、北矿新材科技有限公司、广东省科学院工业分析检测中心为二验单位，负责提供精密度试验数据，并对标准文本提出修改意见。

矿冶科技集团有限公司（原北京矿冶科技集团有限公司）是隶属于国务院国资委管理的中央企业，属国家首批创新型企业，是我国以金属矿产资源综合开发利用为核心主业的规模最大的综合性研究与设计机构，在有色金属采矿、选矿、冶炼和金属粉体材料等研究领域可代表国家水平，在国内外同行中有较大的影响。

 本文件主要起草人有：

1.4 主要工作过程

矿冶科技集团有限公司在接到该标准制订任务后，立即组织骨干人员成立了标准编制组，制定了该标准的研究内容、技术路线、任务分工和进度安排。主要工作过程经历以下阶段：

1.4.1 起草阶段

（1）任务落实：

全国有色金属标准化技术委员会于2021年3月16日~19日在江苏苏州组织召开了《无定形硼粉 总硼含量的测定》行业标准任务落实会，会上确定了各部分的负责起草单位、验证单位及工作进度安排。矿冶科技集团有限公司承担《无定形硼粉 总硼含量的测定》起草任务，北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、湖北航天化学技术研究所、北矿新材科技有限公司、广东省科学院工业分析检测中心等单位协助起草，会议确定了采用酸溶电位滴定法测定无定形硼粉中的总硼含量，测定范围为≥85wt.%，同时确定了样品提供单位、制订计划、时间节点等事项。具体分工见表1。

表1 起草单位、起草人及其所作工作

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 起草单位 | 主要联络人 | 所作工作 |
| 1 | 矿冶科技集团有限公司 | 张思源 | 主起草单位 |
| 2 | 北矿检测技术有限公司 | 郝璐 | 共同起草单位、一验 |
| 3 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 李凤艳 | 共同起草单位、一验 |
| 4 | 湖北航天化学技术研究所 | 赵志刚 | 共同起草单位、二验 |
| 5 | 北矿新材科技有限公司 | 阴荫 | 共同起草单位、二验 |
| 6 | 广东省科学院工业分析检测中心 | 徐思婷 | 共同起草单位、二验 |

（2）样品收集试验研究及标准讨论稿编制：

矿冶科技集团有限公司接到《无定形硼粉 总硼含量的测定》编写任务后，组织矿冶科技集团有限公司、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、湖北航天化学技术研究所、北矿新材科技有限公司、广东省科学院工业分析检测等相关的技术人员，成立了标准编制小组。2021年4月~5月编制组在国内无定形硼粉研发和生产的企业、机构内广泛征集试验样品，完成3个梯度样品的收集；

2021年5月~11月，矿冶科技集团有限公司开展了大量试验研究工作，并同编组成员对目前分析测试方法的具体内容进行了充分的沟通和协商，于2021年11月形成了有色行业标准《无定形硼粉 总硼含量的测定》标准讨论稿和编制说明，并形成了试验报告。

2021年12月6日~8日全国有色金属标准化技术委员会在云南省昆明市组织召开了行业标准《无定形硼粉 总硼含量的测定》讨论会。来自国标（北京）检验认证有限公司、深圳铸成科技有限公司、崇义章源钨业股份有限公司、湖南长远锂科股份有限公司、北矿检测技术有限公司、广东省工业分析检测中心等单位的20余位专家对《无定形硼粉 总硼含量的测定》的标准讨论稿、试验报告进行了仔细、认真的讨论，并提出了修改意见和建议。

（3）试验验证

2022年1月~4月编制组将修改后标准讨论稿、试验报告连同统一样品寄给5家验证单位，开展验证试验。2022年5月编制组陆续收到5家验证单位发来的验证报告和反馈意见，随即进行汇总、统计和分析，完善标准征求意见稿、试验报告和编制说明。

1.4.2 征求意见阶段

（1）编制组在中国有色金属标准质量信息网上公开和会议讨论等形式对《无定形硼粉 总硼含量的测定》标准征求意见稿进行意见征询。

（2）标准预审：2020年5月13日全国有色金属标准化技术委员会粉末冶金分委会秘书处组织召开了行业标准《无定形硼粉 总硼含量的测定》预审会，本次预审会以网络会议的形式召开，来自崇义章源钨业股份有限公司、神州市注成科技股份有限公司、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、南昌硬质合金有限公司等单位的30余位专家对《无定形硼粉 总硼含量的测定》的标准讨论稿、试验报告和编制说明进行了仔细、认真的讨论，并提出了修改意见和建议。编制组根据各位专家的意见和建议对标准征求意见稿进行了修改，并于2020年7月形成了《无定形硼粉 总硼含量的测定》的送审稿。

二、标准编制原则

2.1 符合性

本文件严格按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行编制。

2.2 适用性

依据GJB 9802-2020《无定形硼粉规范》产品标准的要求，并结合无定形硼粉生产和使用的实际需求，确定测定方法和测定范围，提高了本标准的适用性。

2.3先进性

通过充分调研，采用操作简便、灵敏度高、精密度和准确好、在行业内普及的分析方法（酸溶电位滴定法），能很好地满足行业对无定形硼粉总硼含量的分析测试需求，提高了本标准的可操作性和先进性。

三、确定标准主要内容的依据

本文件是首次制定，并且是在充分调研了无定形硼粉生产和应用的实际情况以及相关标准、文献的基础上完成的。

3.1 测定范围的确定

本标准适用于无定形硼粉中总硼含量的测定。本标准的测定范围以国内现行的国军标GJB 9802-2020《无定形硼粉规范》中规定的无定形硼粉的含量范围（≥85wt.%）为依据。为了能够充分覆盖产品标准中规定的含量范围，本标准的测定范围确定为≥85wt.%。

3.2 测定方法的确定

目前国内外测定无定形硼粉总硼含量主要有酸溶法和碱溶法，其中碱溶硼粉测定总硼含量的方法经过国内无定形硼粉生产单位和用户单位试验验证，碱溶样过程中会在烧结后的坩埚上残留少量未溶物，直接影响检测结果的准确性；酸溶法将无定形硼粉中的硼元素溶解为硼酸，更能准确反应无定形硼粉总硼含量，且在滴定过程中，选用电位滴定法具有方法快速、准确度高、误差小等优点，因此本标准选择酸溶电位滴定法来测定无定形硼粉中的总硼含量。

3.3 分析方法概述

试料用硫酸、硝酸混酸溶解，硼转化为硼酸。通过氢氧化钠溶液中和多余酸至试液pH=5.5，加入甘露醇与硼酸络合，用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定，氢氧化钠标准滴定溶液与硼酸络合物反应，通过滴定终点确定氢氧化钠标准滴定溶液消耗量，从而计算出总硼含量。

3.4 溶样温度的选择

溶样温度直接决定了硼粉和酸反应的程度，开展溶样温度对溶样情况的影响进行实验，实验结果见表1。

表1 溶样温度实验条件表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验条件 | 溶样温度 | 现象 | 测试结果 |
| 1 | 200℃ | 反应温和，未沸腾，定容后有白色絮状物未溶解 | 94.37% 94.26% |
| 2 | 250℃ | 反应程度一般，适当延长反应时间，定容后溶液澄清 | 95.24% 95.16% |
| 3 | 300℃ | 反应剧烈，结束后试样完全溶解，定容后溶液澄清 | 95.11% 95.30% |

由表1 可知，溶液温度为200℃时，酸溶样效果不佳，测试结果偏低，溶样温度不低于250℃时，试样完全溶解，定容后溶液澄清，测试结果稳定。

经过一验单位北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司验证，得到的结论与起草单位基本一致。

3.5 溶样酸配比的选择

溶样过程中酸的选择直接影响样品中硼是否能够完全转化为硼酸，进而影响总硼含量测量结果，开展酸配比对溶样情况的影响进行实验，实验结果见表2。

表2 溶样酸配比实验条件表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验条件 | 溶样酸的种类 | 现象 | 测试结果 |
| 1 | 10mL浓硝酸 | 反应非常剧烈，控制难度大，定容后有少量白色絮状物未溶解 | 94.16% 93.79% |
| 2 | 2.5mL 浓硫酸 + 7.5mL浓硝酸 | 反应剧烈，定容后有少量白色絮状物未溶解 | 94.22% 94.61% |
| 3 | 5 mL 浓硫酸 + 5mL浓硝酸 | 反应剧烈，定容后有少量白色絮状物未溶解 | 94.52% 94.61% |
| 4 | 7.5mL 浓硫酸 + 2.5mL浓硝酸 | 反应剧烈，试样完全溶解，定容后溶液澄清 | 95.33% 95.24% |
| 5 | 10mL 浓硫酸 | 反应较弱，试样基本未溶解 | —— |

由表2可知，分别加入单一浓硝酸或浓硫酸溶样效果不佳，测试结果偏低，浓硫酸：浓硝酸=3:1配比加入时，溶样效果最好，定容后溶液澄清，测试结果稳定。

经过一验单位北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司验证，得到的结论与起草单位基本一致。

3.6 溶样酸总量的选择

称取硼粉0.2g，控制浓硫酸与浓硝酸质量比为3:1，开展不同酸总量对溶样结果的影响实验，实验结果见表3。

表3 溶样酸总量实验条件表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验条件 | 酸总量 | 现象 | 测试结果 |
| 1 | 10ml（7.5mL 浓硫酸 + 2.5mL浓硝酸） | 试样完全溶解，定容后溶液澄清 | 95.08% 95.29% |
| 2 | 8ml（6mL 浓硫酸 + 2mL浓硝酸） | 定容后有少许白色絮状不溶物 | 94.11% 94.02% |
| 3 | 6ml（4.5mL 浓硫酸 + 1.5mL浓硝酸） | 定容后有大量白色絮状不溶物 | 92.83% 92.17% |

由表3 可知，酸总量降低时溶样效果变差，有少量不溶物存在，测试结果偏低，浓硫酸与浓硝酸质量比为3:1，酸总量10ml时溶样效果最好，定容后溶液澄清，测试结果稳定。

经过一验单位北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司验证，得到的结论与起草单位基本一致。

3.7 甘露醇加入量的影响

由于硼酸为极弱酸，需要将硼酸进行强化后滴定。强化时加入中性甘露醇，使硼酸形成强酸性的络合物， 再用氢氧化钠标准溶液进行第二阶段滴定。甘露醇加入量对测试结果有一定的影响，测试同一硼粉样品，结果见表4。

表4甘露醇加入量的影响

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验条件 | 甘露醇加入量/g | 测试结果 |
| 1 | 5 | 95.30%、95.19% |
| 2 | 4 | 95.39%、95.08% |
| 3 | 3 | 95.19%、95.34% |
| 4 | 2 | 94.87%、94.99% |
| 5 | 1 | 92.01%、92.99% |

由表4可知，甘露醇加入量为3g~5g时，硼粉测试结果几乎相同，甘露醇加入量小于3g后，测试结果随加入量的降低而降低，因此，甘露醇加入量选择在3g。

经过一验单位北矿检测技术有限公司验证，得到的结论与起草单位基本一致。

一验单位国标（北京）检验认证有限公司验证结果与起草单位不同，主要是因为其采用的方法为在硼酸标样内添加甘露醇，与起草单位验证方法不同，导致验证结论有所差别。

3.8 滴定终点判定方法影响

滴定终点的判定方法决定了标准氢氧化钠溶液的消耗量，影响最终的测试结果。文献表明，滴定终点的pH值为9.1，并且通过理论计算，滴定终点的pH值也在9.1左右，因此，可将滴定终点设定为定9.1的pH值，将上述终点判定方法测得的结果与传统电极电位突跃点测得的结果进行比较，如表5所示：

表5 不同终点判定方法测试结果比较

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 终点判定方法 | *w*/%（两位小数） | 平均值*w*/% | 标准偏差 | RSD% |
| B001 | 定pH值 | 95.12 95.18 95.30 95.38 94.92 95.38 95.19 94.97 95.34 | 95.20 | 0.17 | 0.18 |
| 电极电位突跃法 | 95.17 95.23 95.37 95.20 95.11 95.46 95.27 94.92 95.47 | 95.24 | 0.17 | 0.18 |
| B002 | 定pH值 | 90.76 90.83 90.99 91.05 90.68 91.14 90.87 90.69 91.03 | 90.89 | 0.17 | 0.18 |
| 电极电位突跃法 | 90.51 91.02 90.77 90.83 90.54 90.72 90.61 90.43 90.72 | 90.68 | 0.18 | 0.20 |
| B003 | 定pH值 | 85.59 85.72 85.68 85.79 85.90 85.49 85.69 85.80 85.40 | 85.67 | 0.16 | 0.18 |
| 电极电位突跃法 | 85.31 85.49 85.72 85.58 85.78 85.60 85.33 85.54 85.83 | 85.58 | 0.18 | 0.21 |

由表5可知，采用不同终点判定方法时，测得样品的平均值、标准偏差、RSD等基本相当，因此，选择定pH=9.1为滴定终点或者以电极电位突跃点为滴定终点均可满足要求，且结果基本一致。

 经过一验单位北矿检测技术有限公司的验证，得到的结论与起草单位基本一致。

3.9 加标回收实验

3.9.1 以定pH值为滴定终点

选取B002和B003无定形硼粉试样，在试样中加入不同量的高纯（99.99%）硼酸，按试验方法（以pH=9.1作为滴定终点）回收率实验，测定结果见表6。

表6 加标回收实验

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 称样量/g | 样品含硼量/mg | 加入硼酸量/% | 相当于加入硼量/mg | 测得硼量/mg | 回收率/% |
| B002 | 0.10392 | 94.46 | 0.52322 | 91.52 | 184.99 | 98.92 |
| B002 | 0.10179 | 92.52 | 0.25381 | 44.40 | 136.10 | 98.15 |
| B003 | 0.10117 | 86.68 | 0.48802 | 85.36 | 172.13 | 100.11 |
| B003 | 0.10081 | 86.37 | 0.24181 | 42.30 | 127.53 | 97.30 |

由试验结果可知，当以定pH=9.1作为滴定终点时，本方法加标回收率在97.30%～100.11%之间，能够满足无定形硼粉中总硼含量的测定要求。

一验单位北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司均已该终点判定方法对加标回收进行了验证，北矿检测技术有限公司测得加标回收率在98.49%～100.99%，国标（北京）检验认证有限公司测得加标回收率在95.09%~96.55%，得到的结论证明该方法能够满足无定形硼粉中总硼含量的测定要求。

3.9.2 以电极电位突跃点为滴定终点

选取B002和B003无定形硼粉试样，在试样中加入不同量的高纯（99.99%）硼酸，按试验方法（以电极电位突越点为滴定终点）回收率实验，测定结果见表7。

表7 加标回收实验

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 称样量/g | 样品含硼量/mg | 加入硼酸量/% | 相当于加入硼量/mg | 测得硼量/mg | 回收率/% |
| B002 | 0.10392 | 94.46 | 0.52322 | 91.52 | 184.50 | 98.38 |
| B002 | 0.10179 | 92.52 | 0.25381 | 44.40 | 136.26 | 98.51 |
| B003 | 0.10117 | 86.68 | 0.48802 | 85.36 | 171.95 | 99.89 |
| B003 | 0.10081 | 86.37 | 0.24181 | 42.30 | 127.71 | 97.73 |

由试验结果可知，当以电极电位突跃点作为滴定终点时，本方法加标回收率在97.71%～99.89%之间，与以pH=9.1作为滴定终点判定方法时的结果基本一致，能够满足无定形硼粉中总硼含量的测定要求。

一验单位北矿检测技术有限公司以该终点判定方法对加标回收进行了验证，北矿检测技术有限公司测得加标回收率在99.39%-101.03%，得到的结论证明以电极电位突跃点作为终点判定方法与以pH=9.1作为滴定终点判定方法得到的回收率结果基本一致，能够满足无定形硼粉中总硼含量的测定要求。

3.10 方法精密度

3.10.1 起草单位的精密度试验

按照试验方法，对收集到的三个总硼含量不同的无定形硼粉样品进行9次测定，结果见表8。

表8 样品测定结果及精密度（n=9）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | *w*/%（两位小数） | 平均值*w*/% | 标准偏差 | RSD% |
| B001 | 95.12 95.18 95.30 95.38 94.92 95.38 95.19 94.97 95.34 | 95.20 | 0.17 | 0.18 |
| B002 | 90.76 90.83 90.99 91.05 90.68 91.14 90.87 90.69 91.03 | 90.89 | 0.17 | 0.18 |
| B003 | 85.59 85.72 85.68 85.79 85.90 85.49 85.69 85.80 85.40 | 85.67 | 0.16 | 0.18 |

由试验结果可知，本方法测定无定形硼粉中的RSD在0.178%～0.185%之间，满足无定形硼粉中总硼的测定。

3.10.2 验证单位的精密度试验

 为了考察本方法的重复性和再现性，在国内选择5家实验室，按照起草单位制定的实验方案进行了协同试验，并对5种无定形硼粉样品分别独立测定7次~9次，测定结果见表9所示。

表9各实验室精密度数据

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 验证单位 | 样品编号 | 测定结果*w*/%（n=9） | 平均值*w*/% | 标准偏差 | RSD/% |
| 北矿检测技术有限公司 | B001 | 95.22 95.07 95.45 95.17 94.99 94.81 95.41 95.13 95.27 | 95.17 | 0.20 | 0.21 |
| B002 | 90.82 90.99 90.35 90.98 90.42 90.38 90.22 90.15 90.44 | 90.53 | 0.32 | 0.35 |
| B003 | 85.54 85.64 84.93 85.34 85.22 85.43 85.42 85.15 85.42 | 85.34 | 0.21 | 0.25 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | B001 | 95.93 94.90 95.45 95.23 95.27 95.28 95.63 95.09 95.09 | 95.32 | 0.31 | 0.33 |
| B002 | 90.07 90.41 90.50 91.35 90.70 91.09 91.07 90.79 90.53 | 90.72 | 0.40 | 0.44 |
| B003 | 85.69 85.71 85.00 84.99 84.96 85.34 85.47 84.89 85.64 | 85.30 | 0.34 | 0.40 |
| 湖北航天化学技术研究所 | B001 | 94.20 94.64 94.64 94.89 95.07 95.19 94.62 95.22 95.40  | 94.87 | 0.38 | 0.40 |
| B002 | 89.92 90.12 90.28 90.40 90.47 90.4990.53 90.71 90.78 | 90.41 | 0.27 | 0.30 |
| B003 | 84.81 84.87 84.87 84.87 84.95 85.25 85.56 85.69 85.69 | 85.17 | 0.38 | 0.45 |
| 北矿新材科技有限公司 | B001 | 95.84 95.18 94.77 95.28 95.88 95.39 95.58 94.99 95.91 | 95.42 | 0.41 | 0.43 |
| B002 | 90.65 90.37 90.51 90.86 90.42 90.38 90.40 90.39 90.42 | 90.49 | 0.16 | 0.18 |
| B003 | 85.39 85.22 85.43 85.39 85.84 85.58 85.69 85.47 85.66 | 85.52 | 0.19 | 0.22 |
| 广东省科学院工业分析检测中心 | B001 | 94.88 94.97 95.36 95.27 95.05 94.95 94.76 | 95.03 | 0.21 | 0.22 |
| B002 | 90.49 90.58 90.27 91.02 91.06 90.38 90.28 | 90.58 | 0.33 | 0.37 |
| B003 | 85.31 85.70 85.46 85.59 85.15 85.20 85.33 | 85.39 | 0.20 | 0.24 |

3.11 重复性和再现性

在完成相关条件试验后，各参编单位按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》中关于精密度的要求，对3个水平无定形硼粉样品中总硼含量进行了测定，在汇总数据后，矿冶科技集团有限公司按照GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求对6家参编单位的试验数据进行统计计算，并结合线性内插或外延法，计算出不同含量梯度的重复性限和再现性限。

3.11.1 各参与单位使用数据平均值统计

表10 各参与单位实验数据平均值统计

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品编号单位编号 | B001 | B002 | B003 |
| 1  | 95.20 | 90.89 | 85.67 |
| 2  | 95.17 | 90.53 | 85.34 |
| 3  | 95.32 | 90.72 | 85.30 |
| 4  | 94.87 | 90.41 | 85.17 |
| 5  | 95.42 | 90.49 | 85.52 |
| 6 | 95.03 | 90.58 | 85.39 |
| 总平均值*w*/% | 95.18 | 90.61 | 85.40  |

3.11.2 方法重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表10给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按表9数据采用线性内插法或外延法求得：

表11 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *WB*/ % | 85.40 | 90.61 | 95.18 |
| *r* / % | 0.78 | 0.85 | 0.89 |

3.11.3 方法再现性限

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表11给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表9数据采用线性内插法或外延法求得：

表12 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *WB*/ % | 85.40 | 90.61 | 95.18 |
| *r* / % | 0.89 | 0.95 | 1.01 |

3.12 分析方法水平简析及验证情况

目前国内外测定无定形硼粉总硼含量主要有酸溶法和碱溶法，其中碱溶硼粉测定总硼含量的方法经过国内无定形硼粉生产单位和用户单位试验验证，碱溶样过程中会在烧结后的坩埚上残留少量未溶物，直接影响检测结果的准确性。基于上述原因，国内无定形硼粉生产和使用单位多采用酸溶法进行总硼含量的测定，但酸碱滴定过程中，普通使用指示剂变色法进行起点和终点的判定，准确度较差。本分析方法将试料用硫酸、硝酸溶解，硼转化为硼酸。通过氢氧化钠溶液将溶液pH调至5.5，加入甘露醇与硼酸络合，用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定，氢氧化钠标准滴定溶液与硼酸络合物反应，通过滴定终点确定氢氧化钠标准滴定溶液消耗量，从而计算出总硼含量。经实践证明，该方法通过监测pH值变化进行电位滴定，具有灵敏度高、准确度好、干扰少、分析快速等优点，很好解决了无定形硼粉中总硼含量快速、准确的分析需求，填补了国内空白。

四、 标准水平分析

4.1采用国际标准和国外先进标准的程度

经查，国外无类似标准化文件，因此本标准不采用其他国际或国外标准。

4.2国际、国外同类标准水平的对比分析

本标准达到了国内先进水平，国外无相同的标准。

4.3与现有标准及制定中标准协调配套的情况

经查，标准与现有标准及制定中的标准无重复交叉情况。

4.4 涉及国内外专利及处置情况

经查，本文件不涉及国内外专利。

五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

暂无重大分歧意见。

七、标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议作为推荐性有色行业标准。

八、贯彻标准的要求和措施建议

标准发布后宣贯实施。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、其他应予说明的事项

无。

十一、预期效果

 本文件充分考虑了目前国内无定形硼粉材料生产、研发、应用和检测的实际技术水平。本文件颁布执行后，将在国内形成对无定形硼粉材料总硼含量统一的分析测试标准，对于增加各机构检测数据之间的可靠性和可比性，助力我国军工和民用领域的发展发挥重要的作用。

 《无定形硼粉 总硼含量的测定》标准编制组

二〇二二年七月