有色行业标准（2022-0076T-YS）

碳化铬化学分析方法

第5部分：游离碳含量的测定

高频感应炉燃烧红外吸收法

编制说明

（送审稿）

有色行业标准《碳化铬化学分析方法 第5部分：游离碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》起草小组 2023年12月

有色行业标准《碳化铬化学分析方法 第5部分：游离碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》

编制说明

**一、工作简况**

**（一）任务来源**

根据工信部《工业和信息化部办工厅关于印发2022年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函〔2022〕94号），标准《碳化铬化学分析方法 第5部分：游离碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》由中南大学负责主起草，长沙矿冶研究院有限责任公司、广东省科学院工业分析检测中心、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、北矿新材科技有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司等为验证单位。

项目计划号：2022-0076T-YS，计划完成年限：2023年。

**（二）项目概况**

碳化铬：分子式Cr3C2，分子量:180.01

性质：灰色粉末，有金属光泽。斜方晶系，a=2.821、b=5.52、c=11.46，相对密度6.68。熔点1890℃。沸点3800℃。微维氏硬度(负荷50g)2700kg/rnrn2，热膨胀系数10.3×10-6/K。

碳化铬是一种在高温环境下（1000~1100℃）具有良好的耐磨、耐腐蚀、抗氧化性的高熔点的无机材料，属于一种金属陶瓷。因其特殊的高温性能，被大量用作金属表面保护工艺的热喷涂材料和硬质合金行业的添加剂。主要用于：

⑴抗磨耗薄膜，半导体薄膜；

⑵在硬质合金生产中添加碳化铬不仅能细化碳化钨晶粒同时提高合金的强度和硬度并能显著地提高合金的耐腐蚀性能，在工业生产中被广泛用作耐腐蚀的合金结构材料（量规、阀门、密封环等）在喷焊和堆焊中用于要求既耐腐蚀又有高耐摩性能的硬面焊料；广泛用于不锈钢、耐热钢、耐腐蚀钢、合金钢等特种钢冶炼生产。以Cr3C2为基体的金属陶瓷在高温下有极优异的抗氧化性能。

这些优点使得碳化铬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。

近几年由于纳米粉的生产，使碳化铬粉的应用更广，要求更高，相对应的分析方法也需随社会的进步而更新发展。而YS/T422.1-2000已发布实施20年，现在修订完善具有现实意义。

为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/T422.1-2000《碳化铬化学分析方法铬量的测定》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，产生较大的社会效益。

**（三）承担单位情况**

**1 中南大学**

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。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。

**2中国有色桂林矿产地质研究院有限公司**

中国有色桂林矿产地质研究院有限公司现为中国有色矿业集团有限公司全资子公司。总资产为7.2亿元，净资产4.84亿元；现有在册正式职工394人，其中：工程师147人，高级工程师65人，教授级高级工程师36人。具有博士学位人员20人，硕士87人。国家级“中青年有突出贡献专家”1人，享受国务院政府特殊津贴优秀专家6人，获广西优秀专家称号6人，获“中国有色金属系统跨世纪学术和技术带头人”称号4人，广西“十百千”拔尖人才第二层次人才6人，广西八桂学者1人，广西区政府专家2人，特聘专家2人。柔性引进高级人才18人(其中院士8人、教授10人)。

中国有色桂林矿产地质研究院下设矿产地质研究所、资源环境研究所、资源综合利用所、有色金属矿产地质测试中心和“国家特种矿物材料工程技术研究中心”等研究开发机构,拥有地质勘查、矿权经营与矿业开发、超硬材料研发及制品、资源环境工程公司、矿产品贸易等10余家全资子公司。承担国家、省部级科研项目、技术开发与技术服务等任务。建院以来共提交科研成果2900多项，获国家级科技成果奖20余项，其中：特等奖1项，一等奖1项，二等奖6项。省部级以上科技成果奖320多项，其中二等奖以上90余项。

中国有色桂林矿产地质研究院有限公司是国际标准化组织电子探针分析技术委员会(ISO/TC202/SC2)主席单位,并承担SC2秘书处工作；是全国有色金属标准化技术委员会和（SAC/TC243）全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC229）成员单位。标准研究团队配备15人的专业化技术人员，具有丰富的有色金属、地质、稀土等分析方法研究工作基础和标准化研究工作经验，近5年来主持完成3项国际标准制修定工作，主持或参与主持完成45项国家标准，49项行业标准的制修定工作，在研国家及行业标准16项，为本项目的完成提供坚实的标准制定工作基础。

**3北矿新材科技有限公司**

北矿新材科技有限公司是矿冶科技集团有限公司下属的两个二级单位金属材料研究设计所和北京钨钼材料厂组建而成，其中，基于我国航空航天等工业领域的需求，金属材料研究设计所自上个世纪七十年代开始从事热喷涂用涂层材料的研制开发、热喷涂技术的开发与应用、固体推进剂原料的研制开发等工作；北京钨钼材料厂成立于1964年，1997年整体并入矿冶科技集团有限公司，主要从事钨钼等难熔金属及合金材料的加工，主要产品为钨电极、焊材、钼细丝、铼粒等。

北矿新材科技有限公司始终瞄准国家发展战略需求，充分发挥自身研发优势，不断进行技术创新，承担了大量基础性、战略性、前瞻性的科研生产任务，共承担了大量国家重点项目科研生产任务，取得科研成果百余项。在多个关键领域打破了国外的技术封锁，填补了国内空白，研制开发了400余种新产品，已制定了国家标准30余项，有色金属行业标准40余项。经过数十年发展，北矿新材科技有限公司已成为国家特种功能粉末及涂层、含能材料、钨钼难熔合金等方向的研发能力建设重点布局单位，拥有涂层材料与技术方向的科技创新团队，是全国热喷涂协作组的组长单位，拥有北京市特种涂层材料与技术重点试验室、北京市工业部件表面强化与修复技术研究中心、北京市特种涂层新材料国际科技合作基地。在各类合金粉末涂层材料与涂层技术方向都有专业的技术人才队伍，长期从事相关科研、开发和生产任务，具有扎实的理论基础和丰富的实践经验。

**4 长沙矿冶院检测技术有限责任公司**  
       长沙矿冶院检测技术有限责任公司（简称“长矿检测”）始建于1956年，为原冶金部辅料矿质量监督检测中心，2021年7月转制为国有控股企业，为世界500强企业中国五矿所属长沙矿冶研究院有限责任公司子公司，注册资本2580万元。长矿检测专注于为客户提供检测、能力验证、咨询培训、仲裁检测等综合性技术服务，拥有检验检测机构资质认定（CMA）、实验室认可（CNAS）、能力验证提供者认可（PTP）等多项专业资质及百余台套先进精密分析仪器设备，尤其是化学物相分析、材料微观表征等检测能力国内领先。长矿检测制修订100余项国际、国家、行业、团体标准，拥有发明专利3项，为工信部工业产品（黑色矿冶产品）质量控制和技术评价实验室、湖南省工信厅产业技术基础公共服务平台（试验检测类）等20多个国家级、省部级科技创新平台的重要组成部分，是中国矿冶检测机构联盟副理事长单位、国家技术标准创新基地（长株潭）理事单位、湖南省环境检测行业协会副会长单位、湖南省精密仪器测试学会秘书长单位、长沙市先进电池材料及电池产业技术创新战略联盟理事单位等。

**5国合通用（青岛）测试评价有限公司**

国合通用（青岛）测试评价有限公司是承担国家新材料测试评价平台-主中心项目的国合通用测试评价认证股份公司的全资子公司，是国务院国资委直属央企有研科技集团有限公司的三级子公司，2018年5月注册于青岛市市北区，注册资本1亿元。国合青岛实验室目前拥有化学分析、性能测试、组织结构和无损检测四个专业实验室，逐步建设汽车整车及零部件实验室、轨道交通实验室、船舶与海洋工程实验室、环境实验室、食品实验室、纺织品实验室等专业实验室，重点对汽车、轨道交通、船舶、海洋工程等行业提供第三方检测服务，同时开展材料失效分析、应用评价、产品认证、专业技能培训等业务。国合青岛作为国合通测山东省总部，致力于成为山东省内一流、国家级第三方综合测试评价服务机构及新材料测试评价技术研究机构，为山东省新旧动能转换提供强大动力。

**6广东省科学院工业分析检测中心**

广东省科学院工业分析检测中心始建于1971年，先后隶属于广州有色金属研究院、广东省工业技术研究院，2015年12月经广东省机构编制委员会批准为广东省科学院属下的独立法人事业单位。是国家市场监督管理总局批准的资质认定实验室（CMA）、中国合格评定国家认可委员会批准的检测和校准实验室（CNAS）、运营管理着中国有色工业华南质量检验检测中心、国家矿物及再生金属材料质量检验检测中心、广东省质量监督有色金属产品检验站、广东省质量监督电子产品检验检测中心。本中心是广东省科技成果鉴定检验监督机构、广东省金属材料综合利用检测与评价中心、工业（有色金属及再生有色金属）产品质量控制和技术评价实验室、CQC认证及方圆认证签约实验室。主要从事金属材料、矿物材料、建筑材料、电子电器、新能源电池、化工产品、固体废物、汽车材料、再生资源及金属材料综合利用的检测、咨询、评价及分析测试技术研究和计量校准等服务。同时本中心还开展行业标准制定和技术方法研究及企业科研及标准培训、实验室资质申请及运营咨询、工厂认证检查和产品认证服务。

**（四）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。由株洲三立有限公司、四川明宏华瑞新材料有限公司提供碳化铬样品，由中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、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、钢铁研究总院有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、北矿新材科技有限公司等几家单位提供数据的调研验证工作。

其中，中南大学主要负责试验方案制定，试验样品收集和分发，分析方法研究，试验结果处理，标准文本、试验报告和编制说明撰写等工作；中国有色桂林矿产地质研究院有限公司为一验单位，主要负责对试验方案中的条件试验进行验证，提供精密度等测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议；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、钢铁研究总院有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、北矿新材科技有限公司为二验单位，主要负责提供精密度试验数据，并对标准文本提出修改意见和建议。

标准主要起草人以及分工见下表1

表1 各起草人及其工作职责

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 姓名 | 工作单位 | 工作职责 |
| 撒志远、郑灵芝曾洁、黄志锋 | 中南大学 | 负责标准编制、标准起草、试验方案制定与研究、试验结果处理 |
| 吴艳华、崔妍 | 有色金属技术经济研究院 | 负责标准审核、协调工作 |
| 徐华、卢美玲 | 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司 | 试验方案验证；提供精密度等测试数据；对标准文本提出修改意见和建议 |
| 付鹏飞、王长华 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 提供精密度测试数据；对标准文本提出修改意见和建议 |
| 李玲霞、许洁 | 钢铁研究总院有限公司 |
| 朱志远 | 长沙矿冶研究院有限责任公司 |
| 张腾 | 北矿新材科技有限公司 |
| 杨冰 | 国合通用（青岛）测试评价有限公司 |

**（五）主要工作过程**

**1 起草阶段**

中南大学粉末冶金研究院接到《碳化铬化学分析方法 第5部分：游离碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》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2023年1月形成了标准的讨论稿和编制说明。

2023年3月13日～15日，全国有色金属标准化技术委员会组织在海口召开《碳化铬化学分析方法》系列标准的讨论会，会上主编单位对《碳化铬化学分析方法 第5部分：游离碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》的研究进展、试验过程及结果等编制说明内容进行了介绍，编制组成员及与会专家对本标准进行了认真、细致的讨论，提出了修改意见和建议。

会后主编单位将标准文本和研究报告随同试验样品发送给编制组内验证单位，组织开展方法的条件试验、精密度试验和正确度试验的验证工作。2023年5月，主编单位收集各家验证单位返回的验证报告，汇总精密度试验数据并进行统计和分析，采纳合理性意见和建议，优化实验步骤，修改完善标准文本和编制说明，形成征求意见稿。

**2 征求意见阶段**

编制组面向碳化铬生成厂家、用户、科研院所和检测机构，通过发函、网上公开和会议讨论等形式对《碳化铬化学分析方法 第5部分：游离碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》标准征求意见稿进行意见征询。

2023年6月25日～28日，全国有色金属标准化技术委员会组织在沈阳召开本标准的预审会，编制组成员及与会专家对本标准进行了认真、细致的讨论，提出了修改意见和建议。

2023年7月，编制组对收集到的意见进行整理。本编制组共向18家单位发送了《碳化铬化学分析方法 第5部分：游离碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》标准征求意见稿，收到回函的单位数为18个，回函并有建议或意见的单位数为14个，征求意见具有广泛性和代表性，具体详见《标准征求意见稿意见征求汇总处理表》。编制组根据回函的意见和建议对标准征求意见稿进行了修改，并于2023年7月形成了《碳化铬化学分析方法 第5部分：游离碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》的送审稿。

**3 审查阶段**

2023 年 7 月 17 日～20 日，全国有色金属标准化技术委员会组织在湖北十堰市召开本标准的审定会议，编制组成员及与会专家对本标准进行了认真、细致的讨论，通过了《碳化铬化学分析方法2部分：碳含量的测定 气体容量法和高频燃烧红外吸收法》的审定。编制组根据会议提出的修改意见和建议进行了修改，形成了《碳化铬化学分析方法2部分：碳含量的测定 气体容量法和高频燃烧红外吸收法》的报批稿。

**4 报批阶段**

**二、标准的制定原则、主要内容与依据**

**（一）符合性**

本标准严格按照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(正确度与精密度) 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》的要求进行编写。

**（二）适用性和先进性**

本标准是对YS/T 422 系列的补充制定。在充分调研碳化铬相关产品分析检测实际需求的基础上，制定了此标准。提供了一种碳化铬中游离碳含量测定的分析方法，同时体现了行业内对碳化铬化学成分分析的技术水平，具有先进性、可操作性和广泛的适用性。反映当前国内各相关企业的检测技术水平，宜于应用，经济上合理。。

**三. 标准修定内容的确定依据及主要实验和验证情况**

（一）**标准制定的原理**

试料以盐酸和硝酸在微波消解后，用垫有酸洗石棉的底部有孔且带有孔砂片的砂芯坩埚进行减压抽滤，用热水分几次洗涤酸洗石棉至中性，连同酸洗石棉一起放入陶瓷坩埚中于105℃烘干后，在助熔剂和氧气流存在下，于高频感应炉中加热燃烧，生成的二氧化碳并由氧气流载至红外线检测池进行检测。

**（二）试验情况**

综合现有工作经验，组织相关人员对高频感应炉燃烧红外吸收法测定碳化铬中游离碳含量进行了试验研究，试验情况如下：

**1消解样品酸量的选择**

微波消解样品一般采用盐酸和硝酸，采用不同的盐酸和硝酸配比进行试验。在仪器相同的工作条件下，称样量为0.2克进行测定 3 次，样品燃烧和吸收情况，以及游离碳含量测定结果见表2。

表2消解样品酸量的选择（中南大学）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 酸用量 | 测定值% | | | 平均值% | RSD% | 样品消解及燃烧情况 |
| 5mL盐酸+1mL硝酸 | 0.045 | 0.049 | 0.053 | 0.049 | 3.20 | 样品消解不太完全，燃烧很好 |
| 5mL盐酸+2mL硝酸 | 0.026 | 0.028 | 0.027 | 0.027 | 0.63 | 样品消解完全，燃烧也很好 |
| 5mL盐酸+3mL硝酸 | 0.026 | 0.024 | 0.025 | 0.025 | 0.56 | 样品消解完全，但过滤时有部分酸冼石棉被冼下，燃烧倒也还很好 |
| 5mL盐酸+4mL硝酸 | 0.020 | 0.029 | 0.027 | 0.025 | 0.96 | 样品消解完全，但过滤时有部分酸冼石棉被冼下，燃烧不太好 |
| 5mL盐酸+5mL硝酸 | 0.023 | 0.016 | 0.017 | 0.019 | 2.03 | 样品消解完全，但过滤时有部分酸冼石棉被冼下，且燃烧不太好 |
| 1mL盐酸+5mL硝酸 | 0.039 | 0.057 | 0.051 | 0.047 | 4.21 | 样品消解不太完全，燃烧很好 |
| 2mL盐酸+5mL硝酸 | 0.038 | 0.031 | 0.041 | 0.037 | 1.38 | 样品消解不太完全，燃烧很好 |
| 3mL盐酸+5mL硝酸 | 0.020 | 0.031 | 0.018 | 0.023 | 0.93 | 样品消解完全，但过滤时有部分酸冼石棉被冼下，且燃烧不太好 |
| 4mL盐酸+5mL硝酸 | 0.017 | 0.026 | 0.020 | 0.021 | 1.78 | 样品消解完全，但过滤时有部分酸冼石棉被冼下，且燃烧不太好 |

消解样品的酸用量无论从环保方面还是经济利益考虑，酸用量应尽量少，同时还要考虑过滤时清洗方便。从表2可以看出，试样量为0.2g时，5mL盐酸+2mL硝酸配比效果最佳、测定值最接近且标准偏差较小，故选择酸用量为5mL盐酸+2mL硝酸。

一验单位对该试验条件进行了验证，得到的试验现象和结论与起草单位一致，见表3。

表3消解样品酸量的选择（长沙矿冶研究院有限责任公司）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 酸用量 | 测定值% | | | 平均值% | RSD% | 样品消解及燃烧情况 |
| 5mL盐酸+1mL硝酸 | 0.059 | 0.069 | 0.071 | 0.066 | 5.40 | 样品消解不完全，燃烧好 |
| 5mL盐酸+2mL硝酸 | 0.029 | 0.026 | 0.027 | 0.027 | 0.84 | 样品消解完全，燃烧好 |
| 5mL盐酸+3mL硝酸 | 0.030 | 0.034 | 0.025 | 0.030 | 1.53 | 样品消解完全，但过滤时有部分酸冼石棉被冼下，燃烧好 |
| 5mL盐酸+4mL硝酸 | 0.022 | 0.027 | 0.025 | 0.025 | 1.61 | 样品消解完全，但过滤时有部分酸冼石棉被冼下，燃烧不好 |
| 5mL盐酸+5mL硝酸 | 0.023 | 0.019 | 0.021 | 0.021 | 1.03 | 样品消解完全，但过滤时有部分酸冼石棉被冼下，燃烧不好 |
| 1mL盐酸+5mL硝酸 | 0.049 | 0.057 | 0.066 | 0.057 | 6.21 | 样品消解不完全，燃烧好 |
| 2mL盐酸+5mL硝酸 | 0.039 | 0.030 | 0.041 | 0.037 | 2.80 | 样品消解不完全，燃烧好 |
| 3mL盐酸+5mL硝酸 | 0.024 | 0.033 | 0.017 | 0.025 | 1.91 | 样品消解完全，但过滤时有部分酸冼石棉被冼下，燃烧不好 |
| 4mL盐酸+5mL硝酸 | 0.016 | 0.027 | 0.020 | 0.021 | 3.08 | 样品消解完全，但过滤时有部分酸冼石棉被冼下，燃烧不好 |

**2称样量的选择**

通常分析消解中使用的酸量是有限的，称样量太多会影响消解效果，使样品消解不完全；称样量太少不具备代表性，所以合适的酸试剂与称样量的比对分析结果有很大的影响。在选定的试验条件下，称取不同量样品，考察试样量对测试的影响，结果见表4。

表4称样量选择（中南大学）

| 称样量 | 测定值% | | | 平均值% | RSD% | 样品消解及燃烧情况 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 0.05 | 0.017 | 0.025 | 0.033 | 0.025 | 8.14 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.08 | 0.020 | 0.019 | 0.029 | 0.023 | 6.34 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.10 | 0.027 | 0.020 | 0.026 | 0.024 | 5.87 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.12 | 0.028 | 0.025 | 0.029 | 0.027 | 3.29 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.15 | 0.028 | 0.025 | 0.026 | 0.026 | 1.27 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.20 | 0.025 | 0.023 | 0.024 | 0.024 | 0.56 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.25 | 0.030 | 0.037 | 0.048 | 0.038 | 6.46 | 样品消解完全，燃烧好 |
| 0.30 | 0.10 | 0.19 | 0.28 | 0.19 | 10.32 | 样品消解不全，燃烧也不太好 |
| 0.35 | 0.29 | 0.35 | 0.43 | 0.36 | 15.34 | 样品消解不全，燃烧不好 |

从实验情况可看出，试样量小于0.2克时，样品消解都完全，燃烧情况也好，但样品量小时，结果偏差比较大，根据试验故选择样品消解完全，燃烧好且标准偏差小的，故选择试样用量为0.2g。

一验单位对该试验条件进行了验证，得到的试验现象和结论与起草单位一致，见表5。

表5称样品量的选择（长沙矿冶研究院有限责任公司）

| 称样量 | 测定值% | | | 平均值% | RSD% | 样品消解及燃烧情况 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 0.05 | 0.019 | 0.023 | 0.037 | 0.026 | 8.56 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.08 | 0.022 | 0.017 | 0.030 | 0.023 | 6.45 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.10 | 0.027 | 0.018 | 0.028 | 0.024 | 5.37 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.12 | 0.028 | 0.025 | 0.029 | 0.027 | 3.29 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.15 | 0.028 | 0.025 | 0.026 | 0.026 | 1.27 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.20 | 0.027 | 0.023 | 0.024 | 0.025 | 0.87 | 样品消解完全，燃烧很好 |
| 0.25 | 0.052 | 0.047 | 0.038 | 0.046 | 6.37 | 样品消解不完全，燃烧好 |
| 0.30 | 0.15 | 0.19 | 0.28 | 0.21 | 9.02 | 样品消解不全，燃烧也不太好 |
| 0.35 | 0.39 | 0.45 | 0.43 | 0.42 | 10.31 | 样品消解不全，燃烧不好 |

**3 助熔剂种类及用量的选择**

检测碳化物游离时，由于酸冼石棉一起燃烧，故在高频感应线圈中燃烧效率低，若助熔剂加入不够，石棉中碳不能完全释放。为达到准确检测的目的，通常在样品测定时加入不同量的助熔剂。在相同的仪器工作条件下，称样量为0.2克，用5mL盐酸+2mL硝酸消解样品后进行测定 3 次，样品燃烧和吸收情况，以及游离碳含量测定结果见表6。

表6 助熔剂种类及用量的选择（中南大学）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 助熔剂种类 | 测定值/% | | | 平均值/% | RSD/% | 样品熔融情况 |
| W0.5g+Fe.0.5g | 0.021 | 0.024 | 0.019 | 0.021 | 4.36 | 燃烧也不太好 |
| W0.5g+Fe1.0g | 0.026 | 0.025 | 0.025 | 0.025 | 0.39 | 燃烧很好 |
| W0.5g+ Cu 0.5g | 0.024 | 0.023 | 0.020 | 0.022 | 1.24 | 燃烧不太好 |
| W0.5g+ Cu 1.0g | 0.027 | 0.028 | 0.024 | 0.026 | 1.03 | 燃烧好 |
| Fe.0.5g+Cu1.0g | 0.029 | 0.030 | 0.019 | 0.026 | 4.32 | 燃烧好，但有飞溅现象 |
| Fe.1.0g+Cu0.5g | 0.032 | 0.019 | 0.027 | 0.026 | 6.44 | 燃烧好，但有飞溅现象 |
| Fe1.0g+Cu1.0g | 0.017 | 0.022 | 0.025 | 0.021 | 5.31 | 飞溅现象严重 |

选用W0.5g+Fe1.0g助熔剂，样品燃烧完全，燃烧情况好，游离碳的测定结果的相对标准偏差满足分析要求，而W0.5g+ Cu1.0g样品燃烧完全，燃烧情况好，游离碳的测定结果的相对标准偏差也满足分析要求，但Fe比Cu更实惠，故助熔剂采用W0.5g+Fe1.0g。

一验单位对该试验条件进行了验证，得到的试验现象和结论与起草单位一致，见表7。

表7 助熔剂种类及用量的选择（长沙矿冶研究院有限责任公司）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 助熔剂种类 | 测定值/% | | | 平均值/% | RSD/% | 样品熔融情况 |
| W0.5g+Fe.0.5g | 0.021 | 0.028 | 0.019 | 0.023 | 6.36 | 燃烧也不太好 |
| W0.5g+Fe1.0g | 0.027 | 0.026 | 0.025 | 0.026 | 0.92 | 燃烧很好 |
| W0.5g+ Cu 0.5g | 0.039 | 0.021 | 0.024 | 0.028 | 3.94 | 燃烧不太好 |
| W0.5g+ Cu 1.0g | 0.029 | 0.028 | 0.024 | 0.027 | 1.83 | 燃烧好 |
| Fe.0.5g+Cu1.0g | 0.028 | 0.030 | 0.019 | 0.026 | 4.12 | 燃烧好，但有飞溅现象 |
| Fe.1.0g+Cu0.5g | 0.032 | 0.019 | 0.027 | 0.026 | 6.44 | 燃烧好，但有飞溅现象 |
| Fe1.0g+Cu1.0g | 0.017 | 0.020 | 0.027 | 0.021 | 7.31 | 飞溅现象严重 |

**4方法检出限和测定下限的确定**

以连续测定11次试剂空白值的标准偏差的3倍对应的游离碳含量值作为方法的检出限，以连续测定11次试剂空白值的标准偏差的10倍对应的游离碳含量值作为方法的测定下限。空白测试按W0.5g+Fe1.0g，称样量输入0.2g计算。起草单位与一验单位结果见表8。

表8 检出限及测定下限

| 空白值测定次数 | 空白值/%（中南大学） | 空白值/%  （长沙矿冶研究院有限责任公司） |
| --- | --- | --- |
| 1 | 0.0046 | 0.0047 |
| 2 | 0.0051 | 0.0045 |
| 3 | 0.0062 | 0.0046 |
| 4 | 0.0045 | 0.0046 |
| 5 | 0.0044 | 0.0045 |
| 6 | 0.0053 | 0.0046 |
| 7 | 0.0052 | 0.0048 |
| 8 | 0.0037 | 0.0047 |
| 9 | 0.0039 | 0.0048 |
| 10 | 0.0066 | 0.0046 |
| 11 | 0.0064 | 0.0048 |
| 平均值/% | 0.0047 | 0.0047 |
| 标准偏差/% | 0.0002 | 0.00009 |
| 检出限（3倍标准偏差）/% | 0.0006 | 0.0003 |
| 测定下限（10倍标准偏差）/% | 0.0020 | 0.0009 |

由表8可知，方法检出限低，满足方法要求。

**5 精密度试验**

**5.1 起草单位的精密度试验**

按照分析方法对试样独立进行8次试验，结果见表9所示。

表9　精密度

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 气体容量法  测定次数 | 游离碳质量分数/% | | | |
| 1# | 5# | 6# | 7# |
| 1 | 0.027 | 0.217 | 0.415 | 0.873 |
| 2 | 0.029 | 0.219 | 0.423 | 0.869 |
| 3 | 0.027 | 0.226 | 0.431 | 0.876 |
| 4 | 0.026 | 0.223 | 0.417 | 0.889 |
| 5 | 0.025 | 0.218 | 0.419 | 0.857 |
| 6 | 0.024 | 0.219 | 0.433 | 0.864 |
| 7 | 0.027 | 0.228 | 0.428 | 0.861 |
| 8 | 0.025 | 0.217 | 0.437 | 0.880 |
| 平均值/% | 0.026 | 0.221 | 0.425 | 0.871 |
| 标准偏差/% | 0.00158 | 0.00426 | 0.00807 | 0.01058 |
| RSD/% | 6.03 | 1.93 | 1.90 | 1.21 |

从表8可以看出，4种试验样品精密度试验结果的RSD在1.21%～6.03%之间，说明该方法精密度良好，能够满足分析要求。

采用格拉布斯（*Grubbs*）检验法对上述样品的精密度试验结果数据进行异常值检验，结果见表10所示。

表10 精密度组内异常值检验结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 可疑值*x*i  % | 平均值  % | 标准偏差s  % |  |  | 检验结果 |
| 1# | 0.029 | 0.026 | 0.00158 | 1.739 | 2.126 | 无异常值 |
| 5# | 0.228 | 0.221 | 0.00426 | 1.674 | 无异常值 |
| 6# | 0.437 | 0.425 | 0.00807 | 1.441 | 无异常值 |
| 7# | 0.889 | 0.871 | 0.01058 | 1.690 | 无异常值 |

从表10结果可知，在95%置信概率下，4种碳化铬样品游离碳含量的精密度试验结果中可疑值的Grubbs统计量均小于临界值，表明组内无异常值。

**5.2 各验证单位的精密度试验**

各验证单位分别对每种样品在重复性条件下独立测定8次，结果见下表所示。

表11　长沙矿冶研究院有限责任公司精密度试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 游离碳质量分数/% | | | |
| 1# | 5# | 6# | 7# |
| 1 | 0.029 | 0.237 | 0.435 | 0.881 |
| 2 | 0.031 | 0.212 | 0.420 | 0.890 |
| 3 | 0.031 | 0.228 | 0.419 | 0.871 |
| 4 | 0.027 | 0.227 | 0.427 | 0.884 |
| 5 | 0.028 | 0.218 | 0.439 | 0.852 |
| 6 | 0.034 | 0.239 | 0.413 | 0.843 |
| 7 | 0.028 | 0.208 | 0.418 | 0.871 |
| 8 | 0.029 | 0.227 | 0.425 | 0.867 |
| 平均值/% | 0.030 | 0.224 | 0.425 | 0.870 |
| 标准偏差/% | 0.00226 | 0.01110 | 0.00888 | 0.01595 |
| RSD/% | 7.64 | 4.95 | 2.09 | 1.83 |
| 可疑值 | 0.034 | 0.208 | 0.439 | 0.843 |
| G | 1.932 | 1.441 | 1.632 | 1.684 |
|  | 2.126 | | | |
| 异常值判断 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 |

表12　广东省科学院工业分析检测中心精密度试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 游离碳质量分数/% | | | |
| 1# | 5# | 6# | 7# |
| 1 | 0.039 | 0.245 | 0.431 | 0.891 |
| 2 | 0.037 | 0.223 | 0.429 | 0.870 |
| 3 | 0.036 | 0.221 | 0.414 | 0.895 |
| 4 | 0.029 | 0.247 | 0.437 | 0.889 |
| 5 | 0.027 | 0.218 | 0.433 | 0.842 |
| 6 | 0.031 | 0.230 | 0.432 | 0.863 |
| 7 | 0.038 | 0.238 | 0.416 | 0.885 |
| 8 | 0.029 | 0.219 | 0.420 | 0.861 |
| 平均值/% | 0.033 | 0.230 | 0.427 | 0.875 |
| 标准偏差/% | 0.00474 | 0.01179 | 0.00860 | 0.01853 |
| RSD/% | 14.26 | 5.12 | 2.01 | 2.11 |
| 可疑值 | 0.027 | 0.247 | 0.414 | 0.842 |
| G | 1.317 | 1.431 | 1.511 | 1.753 |
|  | 2.126 | | | |
| 异常值判断 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 |

表13　中国有色桂林矿产地质研究院有限公司精密度试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 游离碳质量分数/% | | | |
| 1# | 5# | 6# | 7# |
| 1 | 0.040 | 0.241 | 0.443 | 0.887 |
| 2 | 0.038 | 0.215 | 0.425 | 0.896 |
| 3 | 0.033 | 0.220 | 0.413 | 0.870 |
| 4 | 0.027 | 0.235 | 0.422 | 0.881 |
| 5 | 0.023 | 0.218 | 0.449 | 0.854 |
| 6 | 0.035 | 0.239 | 0.411 | 0.847 |
| 7 | 0.025 | 0.208 | 0.409 | 0.878 |
| 8 | 0.027 | 0.217 | 0.415 | 0.861 |
| 平均值/% | 0.031 | 0.224 | 0.423 | 0.872 |
| 标准偏差/% | 0.00635 | 0.01238 | 0.01504 | 0.01687 |
| RSD/% | 20.47 | 5.523 | 3.55 | 1.93 |
| 可疑值 | 0.040 | 0.241 | 0.449 | 0.847 |
| G | 1.4179 | 1.363 | 1.703 | 1.467 |
|  | 2.126 | | | |
| 异常值判断 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 |

表14　北矿新材科技有限公司精密度试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 游离碳质量分数/% | | | |
| 1# | 5# | 6# | 7# |
| 1 | 0.041 | 0.234 | 0.431 | 0.906 |
| 2 | 0.037 | 0.213 | 0.428 | 0.897 |
| 3 | 0.039 | 0.248 | 0.413 | 0.870 |
| 4 | 0.027 | 0.257 | 0.467 | 0.864 |
| 5 | 0.028 | 0.218 | 0.459 | 0.857 |
| 6 | 0.036 | 0.235 | 0.435 | 0.846 |
| 7 | 0.028 | 0.268 | 0.418 | 0.879 |
| 8 | 0.031 | 0.217 | 0.405 | 0.914 |
| 平均值/% | 0.033 | 0.236 | 0.432 | 0.879 |
| 标准偏差/% | 0.00553 | 0.02010 | 0.02160 | 0.02437 |
| RSD/% | 16.56 | 8.51 | 5.00 | 2.77 |
| 可疑值 | 0.041 | 0.268 | 0.467 | 0.914 |
| G | 1.379 | 1.580 | 1.620 | 1.431 |
|  | 2.126 | | | |
| 异常值判断 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 |

表15　国合通用（青岛）测试评价有限公司精密度试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定次数 | 游离碳质量分数/% | | | |
| 1# | 5# | 6# | 7# |
| 1 | 0.024 | 0.239 | 0.457 | 0.887 |
| 2 | 0.034 | 0.210 | 0.426 | 0.897 |
| 3 | 0.039 | 0.243 | 0.413 | 0.873 |
| 4 | 0.037 | 0.223 | 0.431 | 0.889 |
| 5 | 0.026 | 0.248 | 0.430 | 0.857 |
| 6 | 0.041 | 0.236 | 0.416 | 0.846 |
| 7 | 0.036 | 0.216 | 0.414 | 0.898 |
| 8 | 0.037 | 0.246 | 0.455 | 0.848 |
| 平均值/% | 0.034 | 0.233 | 0.430 | 0.874 |
| 标准偏差/% | 0.00609 | 0.01442 | 0.01737 | 0.02154 |
| RSD/% | 17.78 | 6.20 | 4.04 | 2.46 |
| 可疑值 | 0.024 | 0.216 | 0.457 | 0.846 |
| G | 1.683 | 1.153 | 1.540 | 1.317 |
|  | 2.126 | | | |
| 异常值判断 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 |

各验证单位4个样品精密度试验数据均无离群值。

**6 方法的重复性和再现性**

**6.1组间离群值检验**

在每个样品水平中将各实验室精密度测试结果的平均值重新组成一组新的数据组，视为单次测定值，计算新数据组的总平均值**和单次测量标准偏差s；采用格拉布斯（*Grubbs*）法对每个样品水平进行异常值检验，结果见表16所示。

表16 组间格拉布斯（Grubbs）异常值检验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位编号 | 游离碳质量分数/% | | | |
| 1# | 5# | 6# | 7# |
| 1 | 0.026 | 0.221 | 0.425 | 0.871 |
| 2 | 0.030 | 0.224 | 0.425 | 0.870 |
| 3 | 0.033 | 0.230 | 0.427 | 0.875 |
| 4 | 0.031 | 0.224 | 0.423 | 0.872 |
| 5 | 0.033 | 0.236 | 0.432 | 0.879 |
| 6 | 0.034 | 0.233 | 0.430 | 0.874 |
| 总平均值/% | 0.031 | 0.228 | 0.427 | 0.873 |
| 标准偏差/% | 0.00301 | 0.00593 | 0.00339 | 0.00332 |
| RSD/% | 9.61 | 2.60 | 0.79 | 0.38 |
| Gn | 0.984 | 1.392 | 1.449 | 1.705 |
| G1 | 1.6767 | 1.201 | 1.093 | 1.078 |
|  | 1.887 | | | |
|  | 1.973 | | | |
| 异常值判断 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 |

从上表结果可知，样品水平均无异常值，可进行后续统计。

**6.2 等精度检验**

采用科克伦（*Cochran*）法对每个样品水平的测试数据进行等精度检验。将一个数据组中的最大方差与该数据组的方差和进行比较，按照下式计算统计量*C*max：



根据所取显著性水平*α*、数据组数*m*和重复测定次数*n*，查得*Cochran*临界值*C*(*α*, *m*, *n*)。当统计量*C*max小于显著性水平*α*=0.05下的临界值，则判定为非异常值；当*C*max大于显著性水平*α*=0.05下的临界值，且小于显著性水平*α*=0.01下的临界值时，则判定为岐离值，此时该测量值若非技术错误导致，则仍可计入后续统计；当*C*max大于显著性水平*α*=0.01下的临界值时，则判定为离群值，应当剔除。

表17 科克伦（Cochran）等精度检验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位编号 | 1# | | | 5# | | | 6# | | 7# | |
| si  % | si2  % | si  % | | si2  % | si  % | | si2  % | si  % | si2  % |
| 1 | 0.0015 | 0.000002 | 0.0042 | | 0.000018 | 0.0080 | | 0.000065 | 0.0105 | 0.00011 |
| 2 | 0.0022 | 0.000005 | 0.0111 | | 0.000123 | 0.0088 | | 0.000079 | 0.0159 | 0.00025 |
| 3 | 0.0047 | 0.000022 | 0.0117 | | 0.000139 | 0.0086 | | 0.000074 | 0.0185 | 0.00034 |
| 4 | 0.0063 | 0.000040 | 0.0123 | | 0.000153 | 0.0150 | | 0.000226 | 0.0168 | 0.00028 |
| 5 | 0.0055 | 0.000030 | 0.0201 | | 0.000404 | 0.0216 | | 0.000467 | 0.0243 | 0.00059 |
| 6 | 0.0060 | 0.000037 | 0.0144 | | 0.000208 | 0.0173 | | 0.000302 | 0.0215 | 0.00046 |
| n | 8 | | | 8 | | | 8 | | 8 | |
|  | 0.00014 | | | 0.00105 | | | 0.00121 | | 0.00205 | |
|  | 0.0000403 | | | 0.0004040 | | | 0.0004666 | | 0.0005939 | |
|  | 0.291 | | | 0.386 | | | 0.384 | | 0.289 | |
| C(α, m, n) | C(0.05, 6,8)=0.398  C(0.01, 6,8)=0.461 | | | | | | | | | |
| 异常值判定 | 无异常值 | | | 无异常值 | | | 无异常值 | | 无异常值 | |

从上表结果可知，等精度检验均无异常值，可进行后续统计。

**6.3重复性限和再现性限的计算**

按照GB/T 6379.2-2004的要求对每个样品水平的测试数据进行统计，计算方法的重复性限和再现性限。

表18 方法的重复性限和再现性限计算结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 单位编号 | 1# | | 5# | | 6# | | 7# | |
| 平均值/% | 方差/% | 平均值/% | 方差/% | 平均值/% | 方差/% | 平均值/% | 方差/% |
| 1 | 0.026 | 0.00158 | 0.221 | 0.00426 | 0.425 | 0.00807 | 0.871 | 0.01058 |
| 2 | 0.030 | 0.00226 | 0.224 | 0.0111 | 0.425 | 0.00888 | 0.870 | 0.01595 |
| 3 | 0.033 | 0.00474 | 0.230 | 0.01179 | 0.427 | 0.0086 | 0.875 | 0.01853 |
| 4 | 0.031 | 0.00635 | 0.224 | 0.01238 | 0.423 | 0.01504 | 0.872 | 0.01687 |
| 5 | 0.033 | 0.00553 | 0.236 | 0.0201 | 0.432 | 0.0216 | 0.879 | 0.02437 |
| 6 | 0.034 | 0.00609 | 0.233 | 0.01442 | 0.430 | 0.01737 | 0.874 | 0.02154 |
| 总平均值/% | 0.031 | | 0.228 | | 0.427 | | 0.873 | |
| 方差和 | 0.00014 | | 0.00105 | | 0.00121 | | 0.00205 | |
| 重复性方差*Sr2* | 0.0000200 | | 0.0001500 | | 0.0001729 | | 0.0002929 | |
| 实验室间方差*SL2* | 0.00000654 | | 0.0000164 | | 0.0000101 | | 0.0000256 | |
| 再现性方差*SR2* | 0.0000265 | | 0.000166 | | 0.000163 | | 0.000267 | |
| 重复性标准偏差*Sr* | 0.00447 | | 0.01224 | | 0.01314 | | 0.01711 | |
| 再现性标准偏差*SR* | 0.005151 | | 0.01289 | | 0.01275 | | 0.01634 | |
| 重复性限*r* | 0.013 | | 0.035 | | 0.037 | | 0.048 | |
| 再现性限*R* | 0.015 | | 0.037 | | 0.037 | | 0.046 | |

由表18可知，随着碳含量水平的加大标准差也在增加，认为精密度很可能是依赖含量水平的，因此可能建立它们之间的某种关系。

对本方法4个样品水平精密度测试结果的平均值及对应的重复性限和再现性限进行汇总，见表19所示。

表19 各样品水平的平均值、重复性限（r）和再现性限（R）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*/% | 0.031 | 0.228 | 0.427 | 0.873 |
| *r* | 0.013 | 0.035 | 0.037 | 0.048 |
| *R* | 0.015 | 0.037 | 0.037 | 0.046 |
| 注：95%置信概率 | | | |  |

由表19数据，以游离碳平均值为横坐标，分别以重复性限（r）和再现性限（R）为纵坐标绘制曲线，得到重复性限（r）和再现性限（R）与游离碳含量水平的关系式：

重复性限（r）：

再现性限（R）：

**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 422《碳化铬化学分析方法》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**

本标准为碳化铬化学分析方法标准之一，适用于碳化铬中游离碳含量的测定。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。

**标准征求意见汇总处理表**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准项目名称：碳化铬化学分析方法 第5部分：游离碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法 | | | 承办人：撒志远 | | | |
| 标准项目负责起草单位：中南大学 | | | 电话：0731-88876204 2023年 7月 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 | 封面 | 标准CCS分类号修改为CCS H 16 | | 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 | 前言 | 内容为单倍行距 | | 采纳 |  |
| 3 | 引言 | 精简引言内容 | | 采纳 |  |
| 4 | 第5章 | 试剂按固体、液体、配制液体、指示剂顺序排列书写；项目编号未对齐 | | 采纳 |  |
| 5 | 正文 | 改正正文中的错别字；数字和单位之间加入空格；标题使用“黑体5号”字体，正文使用“宋体5号”字体 | | 采纳 |  |
| 6 | 5 | 增加“除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。”描述；增加5.1水 | | 株洲硬质合金集团有限公司 | 采纳 |  |
| 7 | 第5章 | 酸洗石棉列入仪器设备 | | 厦门虹鹭钨钼工业有限公司 | 不采纳 | 酸洗石棉属于试剂 |
| 8 | 第7章 | 样品粒度要统一 | | 株洲硬质合金集团有限公司 | 采纳 |  |
| 9 | 8.6 | 材料名称与第5章保持一致，括号标注一一对应 | | 自贡硬质合金有限责任公司 | 采纳 |  |
| 10 | 8.6.1 | 增加微波消解程序条件内容 | | 西安汉唐分析检测有限公司 | 采纳 |  |
| 11 | 8.8.1 | 不同厂家微波消解器功能不同，建议微波消解条件改为推荐的条件 | | 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司 | 采纳 |  |
| 12 | 8.8.1 | 碳化铬性质稳定，如果不能完全微波消解，建议补加适量酸，反复消解 | | 自贡硬质合金有限责任公司 | 采纳 |  |
| 13 | 8.8.5 | 材料名称与第5章保持一致，括号标注一一对应 | | 广东邦普循环科技有限公司 | 采纳 |  |
| 14 | 9 | 注明引用的GB/T 8170文件 | | 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 |  |
| 15 | 10 | 允许差（精密度）建议使用重复性限和再现性限确定 | | 采纳 |  |
| 16 | 11 | 编号采用a）、b）、c）……；“使用的文件”更改为“本文件编号” | | 采纳 |  |

说明：⑴发送征求意见稿的单位数：7个；

⑵收到征求意见稿后，回函的单位数：7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