有色行业标准（2023-0424T-YS）

核级碳化硼化学分析方法

第1部分：总硼含量的测定

酸碱滴定法

编制说明

（讨论稿）

有色行业标准《核级碳化硼化学分析方法第1部分：总硼含量的测定酸碱滴定法》起草小组2023年12月

有色行业标准《核级碳化硼化学分析方法第1部分：总硼含量的测定酸碱滴定法》

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2023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〔2023〕18号），标准《碳核级碳化硼化学分析方法第1部分：总硼含量的测定酸碱滴定法》由中南大学负责主起草，敦化市正兴磨料有限责任公司、大连博恩坦科技有限公司、北京工业大学、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、广东腐蚀科学与技术创新研究院、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、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为验证单位。

项目计划号：2023-0424T-YS，计划完成年限：2024年。

**（二）项目概况**

YS/T423.1-2000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《核级碳化硼化学分析方法总硼量的测定》进行修定。对原标准试验操作的技术细节、精密度数据进行修改或补充，进一步规范了核级碳化硼中总硼含量的分析方法，同时又体现了行业内核级碳化硼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。对完善核级碳化硼产业链，提升核级碳化硼生产能力具有积极的指导意义

**（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 广西壮族自治区分析测试研究中心**

广西壮族自治区分析测试研究中心（以下简称“中心）为公益二类事业单位，成立于1978年，是广西科技厅直属的以分析测试技术研究、理化分析为主的省级综合分析测试研究机构，是广西质量技术监督局授权建立的“广西壮族自治区保健食品及生物产品质量监督检验站”，属于为社会公众服务、对外独立开展检验/检测业务的第三方检测机构。根据中国合格评定国家认可委员会与美国、欧盟、日本等国家和地区的认可机构达成的互认协议，广西分析测试研究中心出具的数据和结果可获得多个国家和地区（包括美国、日本、欧洲等一些发达国家和地区）实验室认可组织的国际互认。中心奉行科学公正、廉洁高效的工作理念，竭诚为社会公众提供检验、检测服务；为科研机构、企事业单位提供技术支持、成果鉴定。

**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 国标（北京）检验认证有限公司**

国标（北京）检验认证有限公司前身是北京有色金属研究总院分析测试技术研究所，是国家有色金属行业最知名的第三方检验机构之一。公司运营管理着国家有色金属及电子材料分析测试中心和国家有色金属质量监督检验中心，拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍，自2004年至今共承担了国家科技支撑计划、国家863计划、国家自然科学基金、军工配套等省部级科技项目40余项；曾获国家科技进步奖6项，国家发明奖3项，省部级科技进步一等奖10项，二、三等奖107项；近5年获得国家发明专利20余项；负责和参加起草制订分析方法国家标准、行业标准300余项；国家标准物质/标准样品120个，在国内外科技期刊上发表论文800余篇，撰写论著22部。

**（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。由敦化市正兴磨料有限责任公司提供核级碳化硼样品，由北京工业大学、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、广东腐蚀科学与技术创新研究院、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、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。

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；XX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；XX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 | 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 |
|  | 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司 |  |
|  | 广西壮族自治区分析测试研究中心 |  |
|  | 长沙矿冶院检测技术有限责任公司 |
|  | 国标（北京）检验认证有限公司 |
|  | 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司 |

**（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《碳核级碳化硼化学分析方法第1部分：总硼含量的测定酸碱滴定法》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12月形成了标准的讨论稿和编制说明。

**2 征求意见阶段**

**3 审查阶段**

**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 423.1-2000《碳核级碳化硼化学分析方法第1部分：总硼含量的测定酸碱滴定法》的修订起草。在充分调研核级碳化硼相关产品分析检测实际需求的基础上，对原标准的试验操作的技术细节、精密度数据进行修改或补充，进一步规范了核级碳化硼中总硼含量测定的分析方法，同时又体现了行业内对核级碳化硼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**

与YS/T 423.1-2000《碳核级碳化硼化学分析方法第1部分：总硼含量的测定酸碱滴定法》相比，本次主要修订内容如下：

（一）修订了氢氧化钠标准滴定溶液的的配制和标定方法：参考GB/T 601-2016《化学试剂标准滴定溶液的制备》进行标定。

（三）试验条件的探究：为使试样分解完全不至于损失，探究了熔样的操作细节。

（四）数据处理的修订：修改了总硼含量的计算公式。

主要试验和验证情况如下：

**1样品的分解**

原标准中分析步骤为：先将样品与3g碳酸钙混匀后再放入铺有4g碳酸钙的瓷坩埚中，再覆盖2g碳酸钙进行灼烧。由于在表面皿上混样，致使表面皿上也残留有碳酸钙与样品，使得样品有所损失。故考虑在坩埚中直接进行混合。

方法①：将样品与3g碳酸钙在表面皿上混匀，放入铺有4g碳酸钙的瓷坩埚中，覆盖2g碳酸钙进行灼烧。

方法②：将样品称入盛有4g碳酸钙的瓷坩埚中，用玻璃棒混匀，用小片定量滤纸擦净玻璃棒，滤纸放入坩埚中，再覆盖3g碳酸钙进行灼烧。

称取0.2g1#样品，分别按方法①和方法②分解样品，并按分析方法进行测定。结果见表2。

表2 样品熔融条件试验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 分解条件 | 总硼质量分数w/% | 总硼质量分数*w*平均值/% | RSD/% |
| 方法① | 76.03 | 76.21 | 0.26 |
| 76.42 |
| 76.18 |
| 方法② | 76.86 | 76.78 | 0.12 |
| 76.68 |
| 76.79 |

由表2可以看出，两种条件下分解样品，方法②得到的结果要高于方法①，考虑的可能结果为方法①使样品损失，同时方法②操作更快捷。所以选择将样品称入盛有4g碳酸钙的瓷坩埚中，用玻璃棒混匀，用小片定量滤纸擦净玻璃棒，滤纸放入坩埚中，再覆盖3g碳酸钙进行灼烧进行样品分解。

**2丙三醇用量**

分取50mL样品溶液，按试验方法进行，分别加入10mL、20mL、30mL、40mL丙三醇溶液，按试验方法进行测定，考察丙三醇用量的影响，结果见表3

表3 样品熔融条件试验

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 丙三醇加入体积/mL | 总硼质量分数w/% |
| 1 | 10 |  |
| 2 | 20 |  |
| 3 | 30 |  |
| 4 | 40 |  |

**2精密度试验**

**2.1 起草单位的精密度试验**

称取1#试样0.2g，按照分析方法对试样独立进行7次试验，测定结果见表4。

表4 精密度

|  |  |
| --- | --- |
| 测定次数 | 总硼质量分数/% |
| 1# |  |  |  |
| 1 | 76.86 |  |  |  |
| 2 | 76.68 |  |  |  |
| 3 | 76.79 |  |  |  |
| 4 | 76.49 |  |  |  |
| 5 | 76.52 |  |  |  |
| 6 | 76.83 |  |  |  |
| 7 | 76.90  |  |  |  |
| 平均值/% | 76.72 |  |  |  |
| 标准偏差/% | 0.165 |  |  |  |
| RSD/% | 0.22 |  |  |  |

由表3可知，1#试验样品精密度试验结果的RSD为0.22%，说明该方法精密度良好，能够满足分析要求。

**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/T423《核级碳化硼化学分析方法》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**

**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。