硬质合金 硬质涂层厚度的测定 X射线荧光光谱法

编制说明

（讨论稿）

1. 工作简况
2. 任务来源

1.1计划批复

根据《工信和信息化部办公厅关于印发2024年第四批行业标准修订计划的通知》（工信厅科函〔2024〕352号）文件要求，由赣州澳克泰工具技术有限公司负责牵头制定《硬质合金 硬质涂层厚度的测定 X射线荧光光谱法》有色行业标准，项目计划编号2024-1230T-YS，计划完成年限为2025年。

1.2项目情况

涂层硬质合金制品是指在已经烧结好的硬质合金制品表面涂覆一层或几层耐磨性高的硬质难熔化合物，这种涂层制品将基体的强度与表层的高耐磨性巧妙地结合起来，从而成倍地提高了硬质合金制品的使用寿命。硬质合金制品的涂层主要通过物理气相沉积PVD和化学气相沉积CVD方法制备，涂层材料种类主要有TiN、TiCN、Al2O3、TiAlN、TiAlSiN、AlCrN、CrN、TiB2、DLC等。目前涂层硬质合金制品，其涂层厚度的测量方法主要按照GB/T 36591-2018 《硬质合金制品的涂层金相检测方法》和JB/T 7707-1995《离子膜硬膜厚度试验方法 球磨法》两种。金相法和球磨法，首先都需要对涂层制品进行破坏，一方面使得检测周期相对较长，特别是金相法需要切割、镶样、磨抛，至少需要几个小时才能完成；另一方面对于价值高的制品，检测成本也较高；其次，涂层硬质合金制品，尤其是刀具制品，其各部位的涂层厚度是不一样的，由于刀具的刃部较锋利，使得涂层在此处具有尖端堆积效应，造成刃部的涂层厚度相比其他平坦部位要更高，刃部作为刀具主要功能部位，测量刃部附近的涂层厚度更具有意义，但球磨法只能对平面进行测试，无法对刃部附近的涂层厚度进行测量，而金相法在理论上可以对刃部附近的涂层厚度进行测试，但实际操作中对切割设备和人员操作的要求很高，很难实现以及复现。

随着X射线荧光测厚仪器分辨率越来越高，X光管稳定性越来越好，X射线荧光光谱法测量涂层厚度，具有速度快、无损检测等优点。经过试验验证，采用X射线荧光光谱法对涂层硬质合金制品进行涂层厚度的测量，在极限厚度范围内允许误差小于10%，已能够满足各硬质合金制品生产企业的涂层质量控制生产需求。该方法具有快速检测分析的优点，能很好地应对企业日益增长的检测需求，适用于涂层中存在与基体合金元素不同金属元素的样品，这些元素会产生各自辐射特征，基体中合金元素的特征谱线不会对涂层金属元素的谱线产生干扰。该方法在国内已有不少生产企业使用，因此非常有必要制定相关的检测标准。

1.3主要参与单位及工作组成员及其工作

1.3.1牵头单位

**赣州澳克泰工具技术有限公司**（以下简称“公司”）是上市企业——章源钨业的全资子公司。自2007年成立以来，一直深耕于钨产业链深加工领域，专注自有技术研发，不断推进硬质合金产品向高精密、高附加值升级。公司主营产品包括高性能硬质合金涂层刀片及高性能硬质合金棒材，为客户提供全套的加工工艺、技术和项目解决方案。产品系列基本实现了铸铁、钢件、不锈钢、铝合金、高温合金和高硬度钢的车、铣、钻加工等领域应用的全面覆盖，产品广泛应用于石油、电力、钢铁、轨道交通、新能源汽车等领域。公司顺利通过ISO9001质量、ISO45001职业健康安全、ISO14001环境等管理体系认证，被评为国家高新技术企业，获得了“2020年江西省智能制造标杆企业”、“江西省信息化和工业化深度融合示范企业”等称号，并被国家工业和信息化部列为“2017年两化融合管理体系贯标试点企业”、“2020年工业企业知识产权运用试点企业”、“2021年国家专精特新‘小巨人’企业”、“国家级专精特新重点‘小巨人’企业”，被国家知识产权局评为“国家知识产权优势企业”。公司拥有一百余项专利，并承担超细晶硬质合金纳米涂层刀具制备及其在航空航天高温合金材料加工应用、Ti(C、N)基金属陶瓷刀具开发及高速切削应用研究等多项省科技计划、重点新产品计划项目;掌握硬质合金混合料均匀控制技术、CVD硬质合金涂层技术、PVD硬质合金涂层技术等多项自主核心技术。具备年产3000万片涂层刀片;以及年产2000吨硬质合金棒材的能力。公司拥有完整的硬质合金刀具生产线、雄厚的技术研发能力及世界一流的刀具技术研发团队，为客户提供加工工艺、技术和项目解决方案，综合实力在全国同行业中居前列。

1.3.2参与单位

**崇义章源钨业股份有限公司**（以下简称“公司”），位于“世界钨都”——江西省赣州市的崇义县，始创于2000年。公司主要从事钨精矿、仲钨酸铵、氧化钨、钨粉、碳化钨粉、热喷涂粉、硬质合金制品的生产及销售。目前公司拥有6座采矿权矿山、8个探矿权矿区、3个钨冶炼精深加工厂、4家全资子公司、1家控股子公司及2家参股公司，建立了从钨上游探矿、采矿、选矿，中游冶炼、制粉，下游精深加工的一体化生产体系，是国内钨行业拥有完整产业链的厂商之一，于2010年在深交所上市（股票简称：章源钨业，股票代码：002378）。公司通过加大科研投入，强化科研平台建设，优化科技创新团队等措施，在钨的采、选、冶、加全产业链上均取得长足进步。截至目前，集团共拥有授权专利355件，其中发明专利117件，实用新型专利169件，外观设计69件，主持和参与制定国家标准、行业标准37项，拥有15项省级认定的新产品、新技术、新工艺，承担国家、省级及其他重点重大科技项目30余项，荣获“国家科技进步二等奖”、“江西省科技进步一等奖”等共17项省部级以上科技奖。钨的采矿、选矿、冶炼及粉末冶金工艺技术和产品质量居国内领先水平，部分达到国际领先水平，硬质合金生产技术及产品质量居国内先进。公司连年荣获“江西省优秀企业”、“江西省优秀非公有制企业”、“江西省优秀高新技术企业”、 “江西省50强企业”等奖项。

**中南大学**位于湖南省长沙市，是中华人民共和国教育部直属的全国重点大学，中央直管高校。是国家“211工程”首批重点建设高校，国家“985工程”部省重点共建高水平大学、国家“2011计划”首批牵头高校，2017年9月入选世界一流大学建设高校，2022年2月入选第二轮“双一流”建设高校。教育部“强基计划”首批试点高校，全国首批试点开展八年制医学教育（本博连读）的五所大学之一。中南大学由原湖南医科大学、长沙铁道学院与中南工业大学于2000年4月组建而成。原中南工业大学的前身为创建于1952年的中南矿冶学院，原长沙铁道学院的前身为创建于1953年的中南土木建筑学院，两校的主体学科最早溯源于1903年创办的湖南高等实业学堂的矿科和路科。原湖南医科大学的前身为1914年创建的湘雅医学专门学校。截至2025年1月，中南大学有岳麓山、麓南、潇湘、开福、杏林、天心六个校区组成，占地面积为317万平方米。有湘雅医院、湘雅二医院、湘雅三医院3所大型三级甲等综合性医院及湘雅口腔医院。设有31个二级学院，104个本科专业，招生专业89个。有一级学科博士学位授权点40个，博士专业学位授权点9个，一级学科硕士学位授权点46个，硕士专业学位授权点30个，博士后科研流动站32个，一级学科国家重点学科6个，国家重点（培育）学科1个，国家“双一流”建设学科5个。有职教职工6034人（截至2023年），全日制在校学生6.2万余名。

**厦门金鹭特种合金有限公司**（以下简称“公司”）是享誉国际的钨粉末、硬质合金及精密刀具制造综合企业。公司拥有从钨粉末、硬质合金到深加工刀具的完整产业链，具备年产9000吨/钨粉、碳化钨粉、6000吨合金棒材、1000吨矿用合金、800万支硬质合金整体刀具和4500万片数控切削刀片的综合生产规模。“金鹭”牌系列产品以优良的品质和完善的服务享誉国内外，客户遍布全球四十多个工业发达国家和地区。公司通过不断的自主创新和科技进步，先后自主实施了包括国家科技攻关计划、国家重点火炬计划、国家重点新产品在内的21项国家级科技计划和2项国家重点技改工程，完成省、市及企业级技术课题300多项，研制和开发出一批具有自主知识产权的先进设备、工艺技术和产品，申请专利400项（已获批280项），形成了一系列具有自主知识产权的钨粉、碳化钨粉、硬质合金及其精密刀具专有制造技术。

**广东省科学院工业分析检测中心**（以下简称“工检中心”）位于广东省广州市，成立于1971年，曾用名包括广州有色金属研究院分析测试中心和广东省工业分析检测中心。该中心的历史沿革中，先后隶属于广州有色金属研究院、广东省工业技术研究院和广东省科学院。2021年3月，经广东省科学院统筹规划，整合了原广东省科学院电子电器研究所的检测业务，组建成为新的综合性检验检测机构。目前，工检中心作为广东省科学院直属的公益二类事业单位，运营并管理着多个重要平台：包括“国家矿物及再生金属材料质量检验检测中心”和“中国有色金属工业华南产品质量监督检验中心”两个国家级平台，以及“广东省质量监督有色金属产品检验站”和“广东省质量监督电子产品检验站”两个省级检验站。此外，工检中心还获得了国际电工委员会IECEE- CB检验实验室资质，并成为中国质量认证中心（CQC）的委托检测实验室。凭借其专业能力和服务水平，工检中心被评选为广东省中小企业公共（技术）服务示范平台。作为国内有色金属检验检测领域的引领者，工检中心的主要业务涵盖金属材料、矿物材料、电子电器、新能源电池、化工产品及再生资源等多个领域。具体工作包括检测、咨询、评价、分析测试技术研究，以及计量校准、行业标准制定、企业科研服务和实验室资质认证等。其检测能力覆盖广泛，包含483大类、5248项（CMA认证）和348大类、3326项（CNAS认可）。业务范围深入航空航天、轨道交通、电子电器、医疗器械和新能源等核心产业领域，成为行业质量监管的关键技术支撑单位。在技术研发方面，工检中心积极投入科研工作，承接了10余项省部级科研项目。其研究成果丰硕，共获得了30多项省级以上的科技奖项，展现了强大的创新能力和技术实力。

**成都美奢锐新材料有限公司**（以下简称“公司”）是一家专注于粉末冶金新材料领域，集研发、生产、销售为一体的国家专精特新“小巨人”企业、“科创中国”新锐企业、国家高新技术企业。公司主营钛基金属陶瓷、高性能硬质合金等新材料产品，并为产业链上下游提供成套切削加工解决方案。公司建有四川省钛基金属陶瓷工程技术研究中心、四川省军民融合人才创新创业基地、四川省企业技术中心，聚集了一批由长江学者特聘教授、国务院政府特殊津贴专家、国家科技进步一等奖获得者领衔的精锐研发团队，研发技术人员占比25%，研发投入占销售收入约10%。公司目前已获得授权专利50余项，核心技术碳氮化钛脱氮控制技术经评定达国际领先水平，汽车及航空航天配件加工用TiCN基金属陶瓷刀具材料关键技术及应用达国际先进水平，具备行业领先的科研制造与成果转化实力。

**南昌硬质合金有限责任公司**（以下简称“公司”）始建于1966年，原名603厂，1972年更名为南昌硬质合金厂，2003年5月改制成立南昌硬质合金有限责任公司。公司现为世界500强中国五矿集团有限公司骨干子企业，中钨高新材料股份有限公司直管企业，注册资本3.3497亿元。南硬公司拥有从钨原材料到终端铣削刀具的完整产业链，现有5000吨钨粉、碳化钨粉，1200吨硬质合金棒型材，120万支整硬刀具年生产能力，是国内最大的钨粉末制品、硬质合金生产、经营、出口基地之一， 产品广泛应用于机械、汽车、航空航天、电子通信等众多行业。2022年入选第四批国家专精特新小巨人企业，先后通过了ISO9001:2015质量管理体系、IOS14001:2015环境管理体系、ISO45001:2018职业健康安全管理体系和ISO50001:2018能源管理体系的认证。现有员工410余人，高级工程师或硕士以上研究生学历人员10余人，建有省级企业技术中心和省级工程研究中心，配备总价值5000余万元的国内外先进实验设备和分析检测仪器，具备钨粉末制品、硬质合金等材料设计、制备、力学性能、微观机理分析和研究的条件，可满足基础研究、新产品开发和中试生产的需要。公司先后承担了多项省市级研发项目，参与制修定国家标准21项、行业标准1项、拥有有效专利25件、商标15个。

1.4主要起草人工作情况

标准主要起草人及分工见下表。

表1标准主要起草人及分工

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 单位 | 起草人 | 工作责任 |
| 1 | 赣州澳克泰工具技术有限公司 | / | 负责标准编制、审核、协调工作包括数据调研及数据整理、标准起草、验证等 |
| 2 | 崇义章源钨业股份有限公司 | / | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 3 | 中南大学 | / | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 4 | 厦门金鹭特种合金有限公司 | / | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 5 | 广东省科学院工业分析检测中心 | / | 参与标准起草，资料收集，提供相关验证 |
| 6 | 成都美奢锐新材料有限公司 | / | 参与标准起草，资料收集整理 |
| 7 | 南昌硬质合金有限责任公司 | / | 参与标准起草，资料收集整理 |

1.5主要工作过程

1.5.1起草阶段

2024年9月，接到《工信和信息化部办公厅关于印发2024年第四批行业标准修订计划的通知》（工信厅科函〔2024〕352号）。

2024年10月29日~11月1日全国有色金属标准化技术委员会组织在江苏省南京市召开了本标准的任务落实会，会上确定了本标准由赣州澳克泰工具技术有限公司牵头制定，崇义章源钨业股份有限公司、中南大学、厦门金鹭特种合金有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、成都美奢锐新材料有限公司、南昌硬质合金有限责任公司等单位协助起草。

赣州澳克泰工具技术有限公司接到《硬质合金 硬质涂层厚度的测定 X射线荧光光谱法》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组，进行了相关资料的查询与收集工作，制订了工作计划和进度安排。编制组首先研究确定并收集了相关验证样品，并对方法的可行性进行了大量的试验工作，在此基础上，于2025年2月形成了本标准的征求意见稿和编制说明。

1.5.2征求意见阶段

2025年3月4日~7日，全国有色金属标准化技术委员会组织在安徽省合肥召开本标准的讨论会，来自\*\*\*等\*\*\*家单位的\*\*\*余位专家对本标准进行了讨论。。。

二、标准的制定原则、主要内容与论据

2.1符合性：本文件按照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》的要求进行了编写。

2.2合理性：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。

2.3先进性：本文件涉及的内容，技术水平不低于当前国内先进水平。

2.4主要试验验证情况

该方法的数据验证试验由赣州澳克泰工具技术有限公司、崇义章源钨业股份有限公司、中南大学、厦门金鹭特种合金有限公司和广东省科学院工业分析检测中心共同完成，样品由赣州澳克泰工具技术有限公司提供，验证结果如下。

2.4.1标准样块选择

选择以下具有代表性标准样块进行实验验证，样品由赣州澳克泰工具技术有限公司提供，分别是：

1. AlTiN单层涂层+A基体试样
2. AlTiN单层涂层+B基体试样

3、AlTiSiN多层涂层+B基体试样

4、AlTiSiN多层涂层+C基体试样

2.4.2测试方法确定

标准编制组在标准起草过程中开展了广泛的验证工作，充分收集赣州澳克泰工具技术有限公司、崇义章源钨业股份有限公司、中南大学、厦门金鹭特种合金有限公司和广东省科学院工业分析检测中心测试数据；分别抽取四种产品，其中每种产品的1#-3#测试10次取平均值，4#-10#测试3次取平均值，测试结果见表2。

表2 X射线荧光测厚数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 调研单位 | 产品牌号 | 方法 | 1# | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# | 7# | 8# | 9# | 10# |
| 1 | 澳克泰工具技术有限公司 | AlTiN单层涂层+A基体 | 荧光测厚 | 1.67 | 1.74 | 1.72 | 1.79 | 1.66 | 1.80 | 1.73 | 1.53 | 1.60 | 1.64 |
| 崇义章源钨业股份有限公司 | 1.68 | 1.71 | 1.69 | 1.76 | 1.63 | 1.77 | 1.70 | 1.50 | 1.53 | 1.60 |
| 广东省科学院工业分析检测中心 | 1.72 | 1.73 | 1.78 | 1.84 | 1.71 | 1.84 | 1.64 | 1.56 | 1.64 | 1.69 |
| 厦门金鹭特种合金有限公司 | 1.72 | 1.79 | 1.77 | 1.84 | 1.71 | 1.86 | 1.75 | 1.58 | 1.65 | 1.69 |
| 中南大学 | 1.79 | 1.81 | 1.80 | 1.89 | 1.71 | 1.89 | 1.82 | 1.60 | 1.61 | 1.71 |
| 平均值 | 1.72 | 1.76 | 1.75 | 1.82 | 1.68 | 1.83 | 1.73 | 1.55 | 1.61 | 1.67 |
| 标准差 | 0.042 | 0.037 | 0.041 | 0.045 | 0.034 | 0.042 | 0.057 | 0.033 | 0.041 | 0.040 |
| RSD/% | 2.45% | 2.13% | 2.36% | 2.44% | 2.04% | 2.30% | 3.32% | 2.14% | 2.54% | 2.38% |
| 2 | 澳克泰工具技术有限公司 | AlTiN单层涂层+B基体 | 荧光测厚 | 1.83 | 1.83 | 1.82 | 1.79 | 1.78 | 1.77 | 1.72 | 1.70 | 1.64 | 1.56 |
| 崇义章源钨业股份有限公司 | 1.83 | 1.84 | 1.83 | 1.81 | 1.78 | 1.77 | 1.72 | 1.69 | 1.63 | 1.56 |
| 广东省科学院工业分析检测中心 | 1.86 | 1.83 | 1.86 | 1.82 | 1.76 | 1.83 | 1.69 | 1.68 | 1.61 | 1.59 |
| 厦门金鹭特种合金有限公司 | 1.76 | 1.79 | 1.75 | 1.75 | 1.72 | 1.71 | 1.67 | 1.63 | 1.59 | 1.52 |
| 中南大学 | 1.82 | 1.81 | 1.81 | 1.79 | 1.73 | 1.80 | 1.68 | 1.64 | 1.64 | 1.61 |
| 平均值 | 1.82 | 1.82 | 1.82 | 1.79 | 1.76 | 1.78 | 1.70 | 1.67 | 1.62 | 1.57 |
| 标准差 | 0.032 | 0.019 | 0.036 | 0.025 | 0.026 | 0.042 | 0.020 | 0.026 | 0.018 | 0.032 |
| RSD/% | 1.77% | 1.03% | 1.96% | 1.37% | 1.50% | 2.34% | 1.20% | 1.53% | 1.11% | 2.02% |
| 3 | 澳克泰工具技术有限公司 | AlTiSiN多层涂层+B基体 | 荧光测厚 | 3.63 | 3.60 | 3.63 | 3.74 | 3.72 | 3.49 | 3.70 | 3.48 | 3.71 | 3.40 |
| 崇义章源钨业股份有限公司 | 3.64 | 3.62 | 3.68 | 3.75 | 3.76 | 3.57 | 3.75 | 3.50 | 3.73 | 3.42 |
| 广东省科学院工业分析检测中心 | 3.50 | 3.49 | 3.55 | 3.64 | 3.63 | 3.39 | 3.59 | 3.36 | 3.57 | 3.31 |
| 厦门金鹭特种合金有限公司 | 3.60 | 3.60 | 3.65 | 3.72 | 3.75 | 3.49 | 3.69 | 3.46 | 3.70 | 3.37 |
| 中南大学 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 平均值 | 3.59 | 3.57 | 3.63 | 3.71 | 3.72 | 3.48 | 3.68 | 3.45 | 3.68 | 3.38 |
| 标准差 | 0.054 | 0.050 | 0.047 | 0.044 | 0.053 | 0.065 | 0.058 | 0.055 | 0.064 | 0.044 |
| RSD/% | 1.49% | 1.41% | 1.30% | 1.18% | 1.44% | 1.87% | 1.58% | 1.61% | 1.74% | 1.30% |
| 4 | 澳克泰工具技术有限公司 | AlTiSiN多层涂层+C基体 | 荧光测厚 | 3.39 | 3.34 | 3.42 | 3.49 | 3.49 | 3.47 | 3.44 | 3.53 | 3.50 | 3.44 |
| 崇义章源钨业股份有限公司 | 3.40 | 3.36 | 3.43 | 3.47 | 3.49 | 3.45 | 3.45 | 3.53 | 3.53 | 3.42 |
| 广东省科学院工业分析检测中心 | 3.48 | 3.39 | 3.49 | 3.53 | 3.53 | 3.42 | 3.39 | 3.46 | 3.44 | 3.42 |
| 厦门金鹭特种合金有限公司 | 3.50 | 3.48 | 3.52 | 3.57 | 3.60 | 3.60 | 3.53 | 3.59 | 3.58 | 3.55 |
| 中南大学 | 3.35 | 3.31 | 3.37 | 3.52 | 3.43 | 3.45 | 3.41 | 3.49 | 3.48 | 3.36 |
| 平均值 | 3.43 | 3.37 | 3.45 | 3.52 | 3.51 | 3.48 | 3.44 | 3.52 | 3.51 | 3.44 |
| 标准差 | 0.057 | 0.057 | 0.054 | 0.033 | 0.055 | 0.063 | 0.048 | 0.044 | 0.049 | 0.063 |
| RSD/% | 1.65% | 1.69% | 1.58% | 0.93% | 1.57% | 1.82% | 1.39% | 1.24% | 1.40% | 1.82% |

2.4.3校准样块实验

表3 校准样块实验数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验 | 调研单位 | 产品牌号 | 校准样块 | 样块a1 | 样块b1 | 样块c1 | 样块d1 |
| **金相测厚（μm）** | **0.70**  | **2.10**  | **3.90**  | **6.00**  |
| 1 | 澳克泰工具技术有限公司 | AlTiN单层涂层+A基体 | 荧光测厚（μm） | 0.72  | 2.03  | 3.92  | 5.97  |
| 相对偏差 | 2.86% | 3.49% | 0.60% | 0.50% |
| 崇义章源钨业股份有限公司 | 荧光测厚（μm） | 0.72  | 2.01  | 3.89  | 5.91  |
| 相对偏差 | 3.33% | 4.13% | 0.34% | 1.56% |
| 广东省科学院工业分析检测中心 | 荧光测厚（μm） | 0.75  | 2.12  | 3.98  | 6.04  |
| 相对偏差 | 6.67% | 0.95% | 2.14% | 0.72% |
| 厦门金鹭特种合金有限公司 | 荧光测厚（μm） | 0.76  | 2.10  | 3.93  | 5.99  |
| 相对偏差 | 8.57% | 0.00% | 0.77% | 0.22% |
| 中南大学 | 荧光测厚（μm） | 0.75  | 2.13  | 3.92  | 6.00  |
| 相对偏差 | 6.67% | 1.43% | 0.60% | 0.06% |
| 标准差 | 0.015  | 0.049  | 0.031  | 0.044  |
| 实验 | 调研单位 | 产品牌号 | 校准样块 | 样块a2 | 样块b2 | 样块c2 | 样块d2 |
| **金相测厚（μm）** | **0.80**  | **2.10**  | **3.90**  | **6.50**  |
| 2 | 澳克泰工具技术有限公司 | AlTiN单层涂层+B基体 | 荧光测厚（μm） | 0.77  | 2.17  | 4.01  | 6.25  |
| 相对偏差 | 3.75% | 3.17% | 2.74% | 3.85% |
| 崇义章源钨业股份有限公司 | 荧光测厚（μm） | 0.77  | 2.13  | 4.03  | 6.21  |
| 相对偏差 | 3.75% | 1.43% | 3.42% | 4.51% |
| 广东省科学院工业分析检测中心 | 荧光测厚（μm） | 0.81 | 2.13 | 3.93 | 6.27 |
| 相对偏差 | 1.25% | 1.43% | 0.77% | 3.54% |
| 厦门金鹭特种合金有限公司 | 荧光测厚（μm） | 0.86  | 2.22  | 3.78  | 5.85  |
| 相对偏差 | 7.08% | 5.71% | 3.08% | 9.95% |
| 中南大学 | 荧光测厚（μm） | 0.77  | 2.11  | 3.87  | 6.22  |
| 相对偏差 | 3.33% | 0.48% | 0.85% | 4.36% |
| 标准差 | 0.034  | 0.039  | 0.093  | 0.155  |
| 实验 | 调研单位 | 产品牌号 | 校准样块 | 样块a3 | 样块b3 | 样块c3 |  |
| **金相测厚（μm）** | **1.12** | **2.90**  | **6.12** |  |
| 3 | 澳克泰工具技术有限公司 | AlTiSiN多层涂层+B基体 | 荧光测厚（μm） | 1.10  | 3.02  | 5.92  |  |
| 相对偏差 | 1.79% | 4.14% | 3.21% |  |
| 崇义章源钨业股份有限公司 | 荧光测厚（μm） | 1.10  | 3.06  | 5.92  |  |
| 相对偏差 | 1.79% | 5.52% | 3.21% |  |
| 广东省科学院工业分析检测中心 | 荧光测厚（μm） | 1.12  | 2.87  | 6.11  |  |
| 相对偏差 | 0.30% | 1.03% | 0.11% |  |
| 厦门金鹭特种合金有限公司 | 荧光测厚（μm） | 1.02  | 2.96  | 5.97  |  |
| 相对偏差 | 8.93% | 2.07% | 2.40% |  |
| 中南大学 | 荧光测厚（μm） | - | - | - |  |
| 相对偏差 | - | - | - |  |
| 标准差 | 0.039  | 0.072  | 0.078  |  |
| 实验 | 调研单位 | 产品牌号 | 标准样块 | 样块a4 | 样块b4 | 样块c4 |  |
| **金相测厚（μm）** | **1.15** | **3.72** | **6.51** |  |
| 4 | 澳克泰工具技术有限公司 | AlTiSiN多层涂层+C基体 | 荧光测厚（μm） | 1.16  | 3.80  | 6.45  |  |
| 相对偏差 | 1.16% | 2.15% | 0.92% |  |
| 崇义章源钨业股份有限公司 | 荧光测厚（μm） | 1.15  | 3.75  | 6.40  |  |
| 相对偏差 | 0.29% | 0.72% | 1.69% |  |
| 广东省科学院工业分析检测中心 | 荧光测厚（μm） | 1.19  | 3.75  | 6.38  |  |
| 相对偏差 | 3.19% | 0.81% | 2.05% |  |
| 厦门金鹭特种合金有限公司 | 荧光测厚（μm） | 1.23  | 3.82  | 6.34  |  |
| 相对偏差 | 7.25% | 2.78% | 2.56% |  |
| 中南大学 | 荧光测厚（μm） | 1.20  | 3.77  | 6.38  |  |
| 相对偏差 | 4.35% | 1.25% | 2.05% |  |
| 标准差 | 0.028  | 0.030  | 0.035  |  |

表3校准样块实验数据中，相对偏差是指荧光测厚与金相测厚的绝对偏差占金相测厚值的百分比。

2.4.5工作曲线准确性验证实验

表4 工作曲线准确性验证实验测定

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 调研单位 | 产品牌号 | AlTiN单层涂层+A基体 | AlTiN单层涂层+B基体 | AlTiSiN多层涂层+B基体 | AlTiSiN多层涂层+C基体 |
| 样块 | 1-1# | 2-1# | 3-1# | 4-1# |
| **电镜测厚（μm）** | **1.85**  | **1.90**  | **3.43**  | **3.33**  |
| 1 | 赣州澳克泰工具技术有限公司 | 荧光测厚（μm） | 1.97  | 1.86  | 3.60  | 3.37  |
| 相对偏差 | 6.49% | 1.83% | 5.11% | 1.30% |
| 2 | 崇义章源钨业股份有限公司 | 荧光测厚（μm） | 1.94  | 1.91  | 3.59  | 3.40  |
| 相对偏差 | 4.87% | 0.46% | 4.82% | 2.00% |
| 3 | 广东省科学院工业分析检测中心 | 荧光测厚（μm） | 1.97  | 1.87  | 3.52  | 3.24  |
| 相对偏差 | 6.49% | 1.65% | 2.78% | 2.70% |
| 4 | 厦门金鹭特种合金有限公司 | 荧光测厚（μm） | 1.97  | 1.94  | 3.48  | 3.27  |
| 相对偏差 | 6.13% | 2.21% | 1.61% | 1.90% |
| 5 | 中南大学 | 荧光测厚（μm） | 1.97  | 1.80  | - | 3.22  |
| 相对偏差 | 6.13% | 4.99% | - | 3.40% |
| 平均值 | 1.96  | 1.88  | 3.55  | 3.30  |
| 标准差 | 0.011  | 0.046  | 0.050  | 0.073  |
| RSD | 0.56% | 2.45% | 1.40% | 2.20% |

表4中相对偏差是指荧光测厚与电镜测厚的绝对偏差占电镜测厚值的百分比；由表4可知，行业内5家典型代表企业提供的四组工作曲线准确性验证实验测定数据中，平均偏差小于10%。

2.4.6精密度测定

表5 精密度测定

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 产品牌号 | 调研单位 | 赣州澳克泰工具技术有限公司 | 崇义章源钨业股份有限公司 | 广东省科学院工业分析检测中心 | 厦门金鹭特种合金有限公司 | 中南大学 |
| 1 | AlTiN单层涂层+A基体 | 样品 | 1# | 2# | 3# | 1# | 2# | 3# | 1# | 2# | 3# | 1# | 2# | 3# | 1# | 2# | 3# |
| 实测值1 | 1.66 | 1.78 | 1.75 | 1.69 | 1.73 | 1.70  | 1.73 | 1.77 | 1.78 | 1.78 | 1.80 | 1.79 | 1.75 | 1.83 | 1.76 |
| 实测值2 | 1.69 | 1.74 | 1.74 | 1.69 | 1.71 | 1.70  | 1.71 | 1.77 | 1.72 | 1.76 | 1.84 | 1.77 | 1.83 | 1.78 | 1.79 |
| 实测值3 | 1.68 | 1.73 | 1.69 | 1.67 | 1.74 | 1.69 | 1.75 | 1.75 | 1.77 | 1.71 | 1.80 | 1.78 | 1.81 | 1.77 | 1.79 |
| 实测值4 | 1.68 | 1.73 | 1.72 | 1.64 | 1.67 | 1.68 | 1.75 | 1.68 | 1.79 | 1.76 | 1.81 | 1.78 | 1.72 | 1.91 | 1.85 |
| 实测值5 | 1.64 | 1.79 | 1.72 | 1.66 | 1.69 | 1.69 | 1.69 | 1.73 | 1.8 | 1.72 | 1.80 | 1.78 | 1.79 | 1.75 | 1.76 |
| 实测值6 | 1.63 | 1.73 | 1.73 | 1.69 | 1.71 | 1.66 | 1.7 | 1.69 | 1.73 | 1.75 | 1.73 | 1.77 | 1.82 | 1.83 | 1.82 |
| 实测值7 | 1.69 | 1.74 | 1.72 | 1.67 | 1.68 | 1.73 | 1.72 | 1.77 | 1.77 | 1.68 | 1.78 | 1.71 | 1.73 | 1.78 | 1.88 |
| 实测值8 | 1.69 | 1.74 | 1.73 | 1.65 | 1.72 | 1.66 | 1.69 | 1.71 | 1.81 | 1.69 | 1.81 | 1.76 | 1.82 | 1.78 | 1.8 |
| 实测值9 | 1.67 | 1.69 | 1.72 | 1.66 | 1.7 | 1.68 | 1.72 | 1.69 | 1.78 | 1.72 | 1.75 | 1.79 | 1.75 | 1.8 | 1.82 |
| 实测值10 | 1.70  | 1.74 | 1.72 | 1.74  | 1.73 | 1.69 | 1.7 | 1.76 | 1.81 | 1.66 | 1.75 | 1.78 | 1.71 | 1.87 | 1.78 |
| 平均值 | 1.67  | 1.74  | 1.72  | 1.68  | 1.71  | 1.69  | 1.72  | 1.73  | 1.78  | 1.72  | 1.79  | 1.77  | 1.77  | 1.81  | 1.81  |
| 标准差 | 0.021  | 0.025  | 0.014  | 0.026  | 0.021  | 0.018  | 0.020  | 0.033  | 0.028  | 0.035  | 0.031  | 0.021  | 0.042  | 0.045  | 0.035  |
| RSD | 1.25% | 1.44% | 0.83% | 1.53% | 1.22% | 1.10% | 1.17% | 1.92% | 1.56% | 2.06% | 1.72% | 1.19% | 2.34% | 2.49% | 1.92% |
| 2 | AlTiN单层涂层+B基体 | 实测值1 | 1.87 | 1.82 | 1.83 | 1.83 | 1.81 | 1.82 | 1.88 | 1.82 | 1.85 | 1.97 | 1.97 | 1.93 | 1.86 | 1.83 | 1.8 |
| 实测值2 | 1.81 | 1.80  | 1.82 | 1.83 | 1.81  | 1.85 | 1.82 | 1.82 | 1.86 | 1.98 | 2.02 | 1.95 | 1.83 | 1.81 | 1.8 |
| 实测值3 | 1.80  | 1.84 | 1.80  | 1.82  | 1.83 | 1.84  | 1.83 | 1.85 | 1.82 | 1.96 | 1.98 | 1.93 | 1.86 | 1.82 | 1.78 |
| 实测值4 | 1.84 | 1.84 | 1.81 | 1.82 | 1.84 | 1.87 | 1.83 | 1.81 | 1.88 | 1.87 | 1.95 | 1.90 | 1.83 | 1.8 | 1.83 |
| 实测值5 | 1.83 | 1.83 | 1.83 | 1.86 | 1.82 | 1.84 | 1.91 | 1.8 | 1.83 | 1.94 | 1.99 | 2.01 | 1.84 | 1.81 | 1.71 |
| 实测值6 | 1.83 | 1.83 | 1.84 | 1.85 | 1.87 | 1.8 | 1.9 | 1.86 | 1.87 | 1.98 | 1.95 | 1.92 | 1.82 | 1.83 | 1.86 |
| 实测值7 | 1.81 | 1.82 | 1.82 | 1.84 | 1.87 | 1.84 | 1.85 | 1.85 | 1.88 | 1.92 | 2.01 | 1.93 | 1.82 | 1.83 | 1.81 |
| 实测值8 | 1.82 | 1.83 | 1.81 | 1.81 | 1.86 | 1.82 | 1.85 | 1.82 | 1.89 | 2.03 | 2.00 | 1.95 | 1.75 | 1.83 | 1.8 |
| 实测值9 | 1.82 | 1.87 | 1.79 | 1.83 | 1.83 | 1.81 | 1.88 | 1.8 | 1.88 | 1.99 | 1.99 | 1.94 | 1.77 | 1.81 | 1.91 |
| 实测值10 | 1.83  | 1.85 | 1.82 | 1.84  | 1.84 | 1.84 | 1.88 | 1.82 | 1.86 | 1.95 | 1.98 | 1.98 | 1.80 | 1.76 | 1.81 |
| 平均值 | 1.83  | 1.83  | 1.82  | 1.83  | 1.84  | 1.83  | 1.86  | 1.83  | 1.86  | 1.96  | 1.98  | 1.94  | 1.82  | 1.81  | 1.81  |
| 标准差 | 0.018  | 0.017  | 0.014  | 0.014  | 0.020  | 0.019  | 0.028  | 0.019  | 0.021  | 0.039  | 0.021  | 0.028  | 0.032  | 0.020  | 0.047  |
| RSD | 0.97% | 0.93% | 0.74% | 0.74% | 1.11% | 1.02% | 1.52% | 1.05% | 1.12% | 2.00% | 1.06% | 1.46% | 1.78% | 1.08% | 2.58% |
| 3 | AlTiSiN多层涂层+B基体 | 实测值1 | 3.67 | 3.6 | 3.64 | 3.64 | 3.63 | 3.68 | 3.52 | 3.47 | 3.57 | 3.60 | 3.63 | 3.68 | － | － | － |
| 实测值2 | 3.6 | 3.59 | 3.62 | 3.66 | 3.63 | 3.67 | 3.51 | 3.48 | 3.53 | 3.59 | 3.60 | 3.67 | － | － | － |
| 实测值3 | 3.65 | 3.61 | 3.63 | 3.62 | 3.64 | 3.63 | 3.53 | 3.51 | 3.56 | 3.55 | 3.66 | 3.67 | － | － | － |
| 实测值4 | 3.63 | 3.59 | 3.65 | 3.62 | 3.62 | 3.69 | 3.51 | 3.50 | 3.52 | 3.63 | 3.63 | 3.65 | － | － | － |
| 实测值5 | 3.63 | 3.6 | 3.63 | 3.64 | 3.61 | 3.72 | 3.48 | 3.50 | 3.54 | 3.61 | 3.52 | 3.63 | － | － | － |
| 实测值6 | 3.62 | 3.6 | 3.64 | 3.58 | 3.64 | 3.7 | 3.48 | 3.49 | 3.56 | 3.58 | 3.60 | 3.62 | － | － | － |
| 实测值7 | 3.62 | 3.61 | 3.65 | 3.66 | 3.59 | 3.72 | 3.51 | 3.49 | 3.54 | 3.62 | 3.60 | 3.60 | － | － | － |
| 实测值8 | 3.63 | 3.6 | 3.62 | 3.66 | 3.65 | 3.62 | 3.49 | 3.49 | 3.57 | 3.59 | 3.59 | 3.59 | － | － | － |
| 实测值9 | 3.61 | 3.58 | 3.61 | 3.67 | 3.59 | 3.68 | 3.50 | 3.48 | 3.58 | 3.66 | 3.55 | 3.66 | － | － | － |
| 实测值10 | 3.63  | 3.57 | 3.64 | 3.65  | 3.57 | 3.72 | 3.51 | 3.47 | 3.56 | 3.59 | 3.57 | 3.68 | － | － | － |
| 平均值 | 3.63  | 3.60  | 3.63  | 3.64  | 3.62  | 3.68  | 3.50  | 3.49  | 3.55  | 3.60  | 3.60  | 3.65  | － | － | － |
| 标准差 | 0.018  | 0.011  | 0.012  | 0.024  | 0.024  | 0.032  | 0.015  | 0.012  | 0.018  | 0.027  | 0.037  | 0.030  | － | － | － |
| RSD | 0.49% | 0.32% | 0.33% | 0.67% | 0.66% | 0.87% | 0.43% | 0.34% | 0.50% | 0.76% | 1.03% | 0.82% | － | － | － |
| 4 | AlTiSiN多层涂层+C基体 | 实测值1 | 3.4 | 3.34 | 3.41 | 3.41 | 3.37 | 3.43 | 3.45 | 3.37 | 3.48 | 3.55 | 3.50 | 3.52 | 3.43 | 3.31 | 3.44 |
| 实测值2 | 3.39 | 3.34 | 3.42 | 3.39 | 3.38 | 3.43 | 3.51 | 3.37 | 3.49 | 3.52 | 3.42 | 3.51 | 3.39 | 3.26 | 3.32 |
| 实测值3 | 3.37 | 3.34 | 3.4 | 3.41 | 3.38 | 3.42 | 3.48 | 3.39 | 3.52 | 3.44 | 3.50 | 3.54 | 3.37 | 3.29 | 3.34 |
| 实测值4 | 3.37 | 3.37 | 3.42 | 3.4 | 3.35 | 3.42 | 3.48 | 3.36 | 3.51 | 3.47 | 3.47 | 3.54 | 3.26 | 3.29 | 3.3 |
| 实测值5 | 3.38 | 3.34 | 3.45 | 3.39 | 3.35 | 3.44 | 3.53 | 3.41 | 3.51 | 3.48 | 3.49 | 3.56 | 3.27 | 3.28 | 3.41 |
| 实测值6 | 3.38 | 3.32 | 3.42 | 3.42 | 3.36 | 3.43 | 3.52 | 3.4 | 3.49 | 3.55 | 3.47 | 3.51 | 3.31 | 3.36 | 3.42 |
| 实测值7 | 3.39 | 3.32 | 3.41 | 3.39 | 3.33 | 3.38 | 3.49 | 3.38 | 3.46 | 3.47 | 3.50 | 3.49 | 3.44 | 3.29 | 3.4 |
| 实测值8 | 3.41 | 3.36 | 3.43 | 3.4 | 3.36 | 3.45 | 3.44 | 3.38 | 3.48 | 3.47 | 3.47 | 3.55 | 3.33 | 3.29 | 3.39 |
| 实测值9 | 3.4 | 3.35 | 3.44 | 3.37 | 3.35 | 3.44 | 3.45 | 3.39 | 3.48 | 3.54 | 3.43 | 3.52 | 3.39 | 3.29 | 3.3 |
| 实测值10 | 3.38  | 3.35 | 3.42 | 3.46  | 3.36 | 3.44 | 3.48 | 3.42 | 3.47 | 3.52 | 3.50 | 3.49 | 3.35 | 3.39 | 3.36 |
| 平均值 | 3.39  | 3.34  | 3.42  | 3.40  | 3.36  | 3.43  | 3.48  | 3.39  | 3.49  | 3.50  | 3.48  | 3.52  | 3.35  | 3.31  | 3.37  |
| 标准差 | 0.012  | 0.014  | 0.013  | 0.022  | 0.014  | 0.017  | 0.028  | 0.017  | 0.017  | 0.036  | 0.027  | 0.022  | 0.056  | 0.036  | 0.046  |
| RSD | 0.36% | 0.42% | 0.39% | 0.64% | 0.41% | 0.51% | 0.79% | 0.50% | 0.50% | 1.02% | 0.77% | 0.62% | 1.67% | 1.08% | 1.37% |

由表5可知，行业内5家典型代表企业提供的AlTiN单层涂层+A基体实验十次测定结果的相对标准差为1.59%，AlTiN单层涂层+B基体实验十次测定结果的相对标准差为1.28%，AlTiSiN多层涂层+B基体实验十次测定结果的相对标准差为0.60%；AlTiSiN多层涂层+C基体实验十次测定结果的相对标准差为0.74%。

从验证结果来看，行业内5家典型代表企业提供的X射线荧光测厚数据、校准样块实验测定、工作曲线准确性验证实验测定和精密度测定数据均符合本文件的技术要求，与本文件技术内容具有良好的一致性。

三、标准水平分析

3.1采用国际标准和国外先进标准的程度

无。

3.2与现有标准及制订中的标准协调配套情况

本标准与现有制订中的标准无交叉重复。

3.3涉及国内外专利及处置情况

经查，本标准没有涉及国内外专利。

四、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。

五、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

六、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。

七、贯彻标准的要求和措施建议

标准发布后宣贯实施。

八、废止现行有关标准的建议

本文件为新制定文件，无废止其它标准的建议。

九、预期效果

本文件充分考虑了当前国内各生产企业的检测技术需求，制定遵循了合理性、规范性及先进性等原则。本文件发布执行后有利于提高硬质涂层厚度的测量准确性、可比性、一致性，对促进企业的有序竞争和行业的技术发展具有积极的实际意义，且便于生产，宜于应用。

十、其他应予说明的事项

 无。

《硬质合金 硬质涂层厚度的测定 X射线荧光光谱法》标准编制组

2025年2月