无定形硼粉 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定

编制说明

（送审讨论稿）

《无定形硼粉 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定》

 **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“2024年第一批行业标准制修订计划的通知”（工信厅科〔2024〕18号）的文件精神，行业标准《无定形硼粉 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定》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：2024-0399T-YS，北矿新材科技有限公司牵头起草，该标准计划完成年限2025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。过氧化氢不溶物作为无定形硼粉中的杂质，会降低硼粉的有效硼含量，从而影响其高能量发挥。近年来，国内无定形硼粉应用单位非常重视过氧化氢不溶物含量对产品性能的影响，无定形硼粉生产企业一般都将过氧化氢不溶物含量作为内控指标进行限制。

过氧化氢不溶物含量业内通常采用化学方法将样品溶解，并测定不溶物质含量。但是，过氧化氢本身酸度较小，在硼粉中单独使用过氧化氢不能充分发挥其溶解能力，需加入一定量同时具有酸性和氧化性的物质对试样的溶解过程起到催化作用，从而保证过氧化氢溶液对硼粉样品的溶解效果。无定形硼粉过氧化氢不溶物含量测定无其他的国内国标和行标、国际标准，国内生产和使用单位均以企业内部方法为准，未实现检测方法的对标。目前，国内各单位测定过氧化氢不溶物方法不尽相同，主要体现在催化剂的种类不同，包括亚硝酸盐、硫酸或硝酸等，此外，加入量也有差异。国内硼粉生产和使用单位在过氧化氢不溶物测定方面存在的上述差异，导致各单位检测结果有所差异，给供需双方在生产控制和质量检验中带来许多不便。因此，为了指导无定型硼粉的生产，提高产品质量的控制水平，规范供需双方贸易过程，亟需制定无定形硼粉过氧化氢不溶物含量测试方法的行业标准。

本标准的制定可对无定形硼粉过氧化氢不溶物含量的测定方法进行规范，为航天、兵器、核工业、化工、冶金及陶瓷等军工和民用领域供货提供过氧化氢不溶物含量的检测依据，满足我国经济和国防多个领域的建设急需性要求，为不同行业、不同生产及用户单位的产品质量控制、应用验证等提供技术保障，规范相关贸易过程，具有重要社会和JS价值。同时，本标准的制定对于无定形硼粉关键战略原材料标准体系的建立具有重要意义。

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、国合通用（青岛）测试评价有限公司。

北矿新材科技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、实验报告和编制说明的撰写。矿冶科技集团有限公司为一验单位，负责对实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。北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司为二验单位，负责提供精密度实验数据，并对标准文本提出修改意见。

北矿新材科技有限公司拥有众多一流的表面材料、难熔金属材料及热喷涂技术专家，各种专业技术人才占员工总人数达到50%，是真正的科技先导型企业。公司及其前身历年来承担国家科研项目近200项，曾获国家科技进步奖、全国科学大会奖、国家发明奖、部级科技奖等65项，获国家、有色协会及北京市重点新产品奖22项，拥有国家发明专利75项。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

北矿新材科技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2024年5月21日~24日在江苏无锡组织召开了《无定形硼粉 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定》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。北矿新材科技有限公司承担《无定形硼粉 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定》起草任务，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、国合通用（青岛）测试评价有限公司等单位协助起草，会议确定了采用称重法测定过氧化氢不溶物含量，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 | 北矿新材科技有限公司 | 张思源 | 主起草单位 |
| 2 | 矿冶科技集团有限公司 | 阴荫 | 共同起草单位、一验 |
| 3 | 北矿检测技术有限公司 | 阮桂色 | 共同起草单位、二验 |
| 4 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 李甜 | 共同起草单位、二验 |
| 5 | 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 刘凯 | 共同起草单位、二验 |

（2）样品收集实验研究及标准讨论稿编制：

北矿新材科技有限公司接到《无定形硼粉 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定》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、国合通用（青岛）测试评价有限公司等相关的技术人员，成立了标准编制小组。2024年6月~7月编制组在国内无定形硼粉研发和生产的企业、机构内广泛征集实验样品，完成3个梯度样品的收集；

2024年8月~10月，北矿新材科技有限公司开展了大量实验研究工作，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2024年11月形成了有色行业标准《无定形硼粉 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定》标准讨论稿和编制说明，并形成了实验报告。

2024年12月16~19日全国有色金属标准化技术委员会在黑龙江哈尔滨市组织召开了行业标准《无定形硼粉 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定》讨论会。来自深圳铸成科技有限公司、广东省科学院新材料研究所、西部宝德科技股份有限公司、西北有色金属研究院、北京钢研高纳科技股份有限公司等单位的20余位专家对《无定形硼粉 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定》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

2025年1月~5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4家验证单位，开展验证试验。2025年6月编制组陆续收到4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

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 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定》标准征求意见稿进行意见征询。

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：实验方法标准》、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

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、精密度和准确好、在行业内普及的称重法，能很好地满足行业对无定形硼粉过氧化氢不溶物含量的测试需求，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 分析方法概述

用过氧化氢溶液、硝酸将硼粉试样溶解，溶解后对试液进行抽滤，洗涤抽滤得到的不溶物，烘干称重，最终通过不溶物质量计算出过氧化氢不溶物含量。

90级硼粉中的过氧化氢含量最高，后续条件探索实验均使用90级硼粉。

3.2 试样加入量的选择

硼粉的过氧化氢不溶物含量一般在2%以下，试样加入量过少，过氧化氢不溶物含量较少，称量时波动较大，探索试样加入量对实验的影响，实验结果如表2所示。

表2 不同试样加入量的过氧化氢不溶物含量

|  |  |
| --- | --- |
| 试样量/g | 五次结果/% |
| 0.1 | 1.16 | 1.27 | 1.01 | 1.52 | 1.38 |
| 0.3 | 1.24 | 1.18 | 1.20 | 1.19 | 1.15 |
| 0.5 | 1.82 | 1.79 | 1.93 | 1.88 | 1.72 |

由表2 可知，试样量0.1g时，测量结果波动较大，稳定性较差；试样量0.5g时，样品部分未溶解，测试结果偏大。综合考虑，试样量选择在0.3g。

经一验单位矿冶科技集团有限公司验证，得到的结论与起草单位基本一致。

3.3 过氧化氢量的选择

称取0.3g试样，加入不同体积的过氧化氢，探索过氧化氢加入量对实验的影响，实验结果如表3所示。

表3 不同过氧化氢加入量的不溶物含量

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 过氧化氢加入量/mL | 50 | 75 | 100 | 125 |
| 过氧化氢不溶物含量/% | 32.15 | 12.81 | 1.19 | 1.21 |

由表3 可知，过氧化氢加入量50mL、75mL时，样品分解不完全，测试结果偏高，加入量100mL以上时，测试结果保持稳定，综合考虑，过氧化氢加入量选择在100mL。

经一验单位矿冶科技集团有限公司验证，得到的结论与起草单位基本一致。

3.4 硝酸加入量的选择

称取0.3g试样，加入100mL过氧化氢，加入不同体积的硝酸（分析纯），探索硝酸加入量对实验的影响，实验结果如表4所示。

表4 不同硝酸加入量的不溶物含量

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 硝酸加入量/mL | 0.5 | 1.0 | 1.5 | 2.0 |
| 过氧化氢不溶物含量/% | 1.53 | 1.24 | 1.20 | 1.06 |

由表4可知，硝酸酸加入量为0.5mL时，加入量过少，样品溶解不完全，含量偏高；硝酸加入量为2.0mL时，结果偏低。综合考虑，硝酸加入量为1.0mL。

经一验单位矿冶科技集团有限公司验证，得到的结论与起草单位基本一致。

3.5 沸腾保温时间的选择

称取0.3g试样，加入100mL过氧化氢，1mL硝酸，探索不同的沸腾保温时间对实验的影响，实验结果如表5所示。

表5 不同沸腾保温时间的不溶物含量

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 沸腾保温时间 | 30 | 60 | 90 | 120 |
| 过氧化氢不溶物含量/% | 3.53 | 1.34 | 1.20 | 1.22 |

由表5可知，沸腾保温时间小于90分钟时，过氧化氢不溶物含量偏高，大于90min后，不溶物含量趋于稳定，沸腾保温时间为90分钟。

经一验单位矿冶科技集团有限公司验证，得到的结论与起草单位基本一致。

3.6 方法精密度

3.6.1 起草单位的精密度实验

按照实验方法，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6。

表6 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级） | 0.18 0.17 0.180.19 0.16 0.180.19 0.20 0.17 | 0.18 | 0.012 | 6.80 |
| B002（85级） | 0.34 0.36 0.330.32 0.35 0.310.33 0.30 0.35 | 0.33 | 0.020 | 5.98 |
| B003（90级） | 1.24 1.18 1.201.19 1.15 1.171.22 1.25 1.18 | 1.20 | 0.033 | 2.76 |

由实验结果可知，本方法测定无定形硼粉中的过氧化氢不溶物含量RSD在2.76%～6.80%之间，满足无定形硼粉中过氧化氢不溶物含量的测定要求。

3.6.2 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4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3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/% |
| 矿冶科技集团有限公司 | B001 | 0.17 0.19 0.19 0.18 0.19 0.21 0.18 0.17 0.20 | 0.19 | 0.013 | 7.09 |
| B002 | 0.31 0.28 0.33 0.26 0.29 0.32 0.33 0.29 0.30 | 0.30 | 0.024 | 7.87 |
| B003 | 1.16 1.09 1.08 1.18 1.07 1.08 1.17 1.17 1.22 | 1.13 | 0.055 | 4.83 |
| 北矿检测技术有限公司 | B001 | 0.17 0.16 0.16 0.17 0.20 0.16 0.18 0.17 0.18 | 0.17 | 0.013 | 7.56 |
| B002 | 0.26 0.32 0.34 0.33 0.33 0.33 0.33 0.26 0.30 | 0.31 | 0.031 | 9.97 |
| B003 | 1.19 1.18 1.16 1.18 1.19 1.20 1.21 1.19 1.17 | 1.19 | 0.015 | 1.27 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | B001 | 0.15 0.16 0.18 0.17 0.15 0.18 0.18 0.17 0.16 | 0.17 | 0.012 | 7.35 |
| B002 | 0.32 0.27 0.26 0.29 0.25 0.27 0.31 0.31 0.30 | 0.29 | 0.025 | 8.72 |
| B003 | 0.97 1.11 0.99 0.95 0.97 1.11 0.99 1.12 1.01 | 1.02 | 0.069 | 6.71 |
| 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | B001 | 0.23 0.22 0.20 0.20 0.20 0.20 0.19 | 0.21 | 0.014 | 6.79 |
| B002 | 0.30 0.33 0.33 0.30 0.33 0.30 0.29 | 0.31 | 0.018 | 5.69 |
| B003 | 1.15 1.18 1.23 1.15 1.20 1.17 1.17 | 1.18 | 0.029 | 2.42 |

3.7 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过氧化氢不溶物含量进行了测定，在汇总数据后，北矿新材科技有限公司按照GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求对5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。

3.7.1 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  | 0.18 | 0.33 | 1.20 |
| 2  | 0.19 | 0.30 | 1.13 |
| 3  | 0.17 | 0.31 | 1.19 |
| 4  | 0.17 | 0.29 | 1.02 |
| 5  | 0.21 | 0.31 | 1.18 |
| 总平均值*w*/% | 0.18 | 0.31 | 1.14  |

3.7.2 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

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *W*/ % | 0.18 | 0.31 | 1.14 |
| *r* / % | 0.039 | 0.073 | 0.136 |

3.7.3 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

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *W*/ % | 0.18 | 0.31 | 1.14 |
| *r* / % | 0.055 | 0.084 | 0.241 |

3.8 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过氧化氢不溶物含量的方法主要为称重法，但各单位过氧化氢加入量、催化剂加入量等重要参数有所差异，测试结果再现性较差。本分析方法将上述条件进行了准确规定，经实践证明，该方法具有准确度高、干扰少、分析快速等优点，很好解决了无定形硼粉中过氧化氢不溶物含量快速、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过氧化氢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 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定》标准编制组

二〇二五年六月