ICS 77.160

CCS H 16

|  |
| --- |
|  |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T ×××××—××××

|  |
| --- |
|  |

无定形硼粉 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定

Amorphous boron powder Part 3：Determination of insoluble hydrogen peroxide content

|  |
| --- |
|  |
|  |

×××× - ×× - ××发布

×××× - ×× - ××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前  言

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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：北矿新材科技有限公司、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。

本文件主要起草人：。

无定形硼粉 第3部分：过氧化氢不溶物含量的测定

1. 范围

本文件规定了称重法测定无定形硼粉中过氧化氢不溶物的含量。

本文件适用于无定形硼粉中过氧化氢不溶物含量的测定，测定范围:≤2.00%。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

1. 术语或定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

用过氧化氢溶液、硝酸将硼粉试料溶解，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。

1. 试剂或材料

5.1 水：符合GB/T 6682二级及以上。

5.2 过氧化氢溶液（30%）。

5.3 硝酸（ρ=1.42 g/ mL）。

1. 仪器设备

6.1 电子天平：显示分度值0.0001 g。

6.2 加热套：或功能相当的加热设备。

1. 样品

样品按接收态测试，应密封储存。

1. 试验步骤

8.1 试料

称取0.3 g样品（7），记为*m*，精确至0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验，过滤前微孔滤膜烘干恒重后质量为*m*1，过滤后微孔滤膜烘干恒重后质量为*m*2。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于500 mL三口烧瓶中，加入1~2 ml水润湿，然后依次加入100 mL过氧化氢溶液（5.1）和1.0 ml硝酸（5.2）。

8.4.2 将三口烧瓶放于加热套（6.2）内加热，保持溶液微沸，加热时间应不小于90min。

8.4.3 趁热取下试液（8.4.2），用内衬微孔滤膜（抽滤前烘干至恒重，质量记为*m*3）的砂芯过滤装置进行抽滤，用适量热水冲洗三口烧瓶内部，抽滤结束后，小心将沉淀完全转移到滤膜上，不要粘到抽滤容器上，将有不溶物的滤膜取出，105℃烘干至恒重，烘干后质量记为*m*4。

1. 实验数据处理

过氧化氢不溶物含量以过氧化氢不溶物的质量分数*w*计，按公式（1）计算：

**……………………………………（2）

式中：

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*m*1——空白组微孔滤膜过滤前烘干恒重后的质量，单位为克（g）；

*m*2——空白组微孔滤膜过滤后烘干恒重后的质量，单位为克（g）；

*m*3——实验组微孔滤膜过滤前烘干恒重后的质量，单位为克（g）；

*m*4——实验组过滤后微孔滤膜烘干恒重后的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位，数值修约按照GB/T 8170的规定执行。

1. 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表1 给出的平均值范围内，这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1数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限

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

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限

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

1. 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

a）试验对象;

b）本文件编号；

c）分析结果及其表示；

d）与基本分析步骤的差异；

e）观察到的异常现象；

f）试验日期。

附 录 A

（资料性）

精密度试验原始数据

精密度数据是由5家实验室对无定形硼粉中过氧化氢不溶物含量的3个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的过氧化氢不溶物含量在重复性条件下独立测定7次～9次。测量的原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据（*w*/%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 样品  水平 | 测定次数 | | | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| 1 | B001 | 0.18 | 0.17 | 0.18 | 0.19 | 0.16 | 0.18 | 0.19 | 0.20 | 0.17 |
| B002 | 0.34 | 0.36 | 0.33 | 0.32 | 0.35 | 0.31 | 0.33 | 0.30 | 0.35 |
| B003 | 1.24 | 1.18 | 1.20 | 1.19 | 1.15 | 1.17 | 1.22 | 1.25 | 1.18 |
| 2 | B001 | 0.17 | 0.16 | 0.16 | 0.17 | 0.20 | 0.16 | 0.18 | 0.17 | 0.18 |
| B002 | 0.26 | 0.32 | 0.34 | 0.33 | 0.33 | 0.33 | 0.33 | 0.26 | 0.30 |
| B003 | 1.19 | 1.18 | 1.16 | 1.18 | 1.19 | 1.20 | 1.21 | 1.19 | 1.17 |
| 3 | B001 | 0.15 | 0.16 | 0.18 | 0.17 | 0.15 | 0.18 | 0.18 | 0.17 | 0.16 |
| B002 | 0.32 | 0.27 | 0.26 | 0.29 | 0.25 | 0.27 | 0.31 | 0.31 | 0.3 |
| B003 | 0.97 | 1.11 | 0.99 | 0.95 | 0.97 | 1.11 | 0.99 | 1.12 | 1.01 |
| 4 | B001 | 0.17 | 0.19 | 0.19 | 0.18 | 0.19 | 0.21 | 0.18 | 0.17 | 0.20 |
| B002 | 0.31 | 0.28 | 0.33 | 0.26 | 0.29 | 0.34 | 0.36 | 0.29 | 0.30 |
| B003 | 1.16 | 1.09 | 1.08 | 1.18 | 1.07 | 1.08 | 1.17 | 1.16 | 1.22 |
| 5 | B001 | 0.23 | 0.22 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.19 | — | — |
| B002 | 0.30 | 0.33 | 0.33 | 0.30 | 0.33 | 0.30 | 0.29 | — | — |
| B003 | 1.15 | 1.18 | 1.23 | 1.15 | 1.20 | 1.17 | 1.17 | — | — |

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_