金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定 重量法

编制说明

（送审讨论稿）

《金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定 重量法》**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年第六批行业标准制修订计划的通知”（工信厅科〔2024〕503号）的文件精神，行业标准《金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定 重量法》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：2024-2120T-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

金属基封严复合粉末是航空发动机及燃气轮机封严用关键材料，所制备的封严涂层可在高温高速环境下控制转静子部件间的气路间隙，保护转子免受损伤，降低发动机喘震与突发故障风险，对延长发动机服役寿命具有重要作用。聚苯酯系封严涂层材料是现在用量最大的封严涂层材料体系，主要由AlSi、MCrAlY等金属骨架组分和聚苯酯造孔剂组成，该系列材料已纳入《重点新材料首批次应用示范指导目录（2021年版）》。聚苯酯因其优异的自润滑性和较高的热稳定性，是封严涂层材料常用的造孔剂和自润滑相，其在粉末中含量将对热喷涂粉末的基本物理性能以及喷涂适应性有重要影响，进而影响涂层的使用性能，聚苯酯含量过低，涂层硬度过硬，易刮削叶片；聚苯酯含量过高，涂层结合强度较低，热震性能差。因此控制聚苯酯含量对聚苯酯系封严复合粉末的质量控制很有必要。

近年来，国内热喷涂粉末生产和应用企业广泛重视金属基封严复合粉末中聚苯酯含量对产品性能的影响，如矿冶科技集团有限公司等长期专业从事热喷涂粉末的研究及性能检测评价工作，在封严复合粉末聚苯酯含量测试方面积累了丰富经验，并形成了企业标准。目前尚未检索到封严复合粉末中聚苯酯含量的国际标准，国内无直接测定封严复合粉末中聚苯酯含量的国家和行业标准。差热分析结果表明聚苯酯在320℃以下观察不到因分解而引起的失重现象，直到425℃开始明显的失重。由于封严复合粉末中通常含有有机粘结剂，在300℃以下即开始烧蚀失重，因此直接采用单一的烧蚀重量法对封严复合粉末中的聚苯酯含量进行测定时，会出现在燃烧聚苯酯的同时，其他有机物被烧蚀，从而干扰试验测试结果的问题，测试结果无法真实反应封严复合粉末中聚苯酯的含量，不适用于封严复合粉末中聚苯酯含量的准确测定。

目前，对于封严复合粉末中聚苯酯含量的测定，国内生产单位以企业内部方法为准，使用单位无检测标准，全依赖质保单，缺乏对粉末质量的控制，给供需双方在生产控制和质量检验中带来许多不便。因此，为了指导粉末材料及其关键产品的生产，提高产品质量的控制，规范供需双方贸易过程，亟需制定封严复合粉末聚苯酯含量测试方法的行业标准。

本标准的制定可对金属基封严复合粉末聚苯酯含量的测定方法进行规范，为军工和民用领域供货提供聚苯酯含量检测依据，为不同行业产品的质量控制提供技术保障。因此，本标准的制定符合我国经济和国防多个领域的建设急需性要求，项目的设立具有重要意义。

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：北矿新材科技有限公司、矿冶科技集团有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、钢铁研究总院有限公司。

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。上海有色金属工业技术监测中心有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、钢铁研究总院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102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153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

北矿新材科技有限公司接到《金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定 重量法》编写任务后，组织矿冶科技集团有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、钢铁研究总院有限公司等相关的技术人员，成立了标准编制小组。具体分工如下：

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 | 郭丹 | 主起草单位 |
| 2 | 矿冶科技集团有限公司 | 安小佳 | 共同起草单位、一验 |
| 3 | 上海有色金属工业技术监测中心有限公司 | 朱云 | 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 | 钢铁研究总院有限公司 | 李玲霞 | 共同起草单位、二验 |

2025年3月编制组在国内金属基封严复合粉末研发和生产的企业、机构内广泛征集实验样品，完成4个不同聚苯酯含量样品的收集；

2025年3月~4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2025年4月形成了有色行业标准《金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定 重量法》标准讨论稿和编制说明，并形成了试验报告。

2025年4月17日~18日全国有色金属标准化技术委员会在云南省昆明市组织召开了行业标准《金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定 重量法》讨论会。来自有色标准化技术标委会、钢铁研究总院有限公司、北京钢研高纳科技股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、西北有色金属研究院、西部宝德科技股份有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、厦门钨业股份有限公司、厦门金鹭特种合金有限公司、株洲硬质合金集团有限公司等单位的20余位专家对《金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定 重量法》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。

2025年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。

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

结合金属基封严复合粉末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、在行业内普及的恒温烧蚀重量法，能很好地满足行业对金属基封严复合粉末聚苯酯含量的测试需求，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金属基封严复合粉末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

采用恒温烧蚀试验方法，首先在200℃下烧蚀，得到干扰有机物失重，再在450℃下烧蚀，得到总有机物失重，通过差值计算得到封严复合粉末中聚苯酯含量ω。

3.2 烧蚀温度的选择

烧蚀温度直接决定了结果的可靠性，温度过低，聚苯酯不发生完全烧蚀，温度过高，粉末中其他物质发生改变，影响测试结果。选用现有铝硅聚苯酯复合粉末测试不同烧蚀温度条件下聚苯酯含量，不同温度结果见表2。

表2 烧蚀温度对测试结果的影响

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验条件 | 烧蚀温度/℃ | 测试结果 |
| 1 | 350 | 4.88% |
| 2 | 400 | 14.86% |
| 3 | 450 | 44.50% |
| 4 | 500 | 44.62% |
| 5 | 550 | 44.58% |

由表2 可知，烧蚀温度小于450℃时，聚苯酯未发生完全烧蚀，测试结果偏低，烧蚀温度大于450℃时，测试结果趋于稳定，因此，烧蚀温度设定在450℃即可。

经过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 烧蚀时间的选择

烧蚀时间决定了聚苯酯烧蚀的程度，选用现有铝硅聚苯酯复合粉末测试不同烧蚀时间条件下聚苯酯含量，不同时间结果见表3。

表3 搅拌时间对测试结果的影响

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 实验条件 | 烧蚀时间/h | 测试结果 |
| 1 | 4 | 37.62% |
| 2 | 6 | 44.50% |
| 3 | 8 | 45.14% |
| 4 | 10 | 44.86% |

由表4可知，烧蚀时间小于6h时，测试结果偏低，烧蚀时间不低于6h时，测试结果趋于稳定，因此，烧蚀时间设定在6h即可。

经过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 加标回收实验

选取铝硅聚苯酯粉末和铜铝聚苯酯粉末试样，在试样中加入不同量的聚苯酯粉末，按实验方法进行回收率实验，测定结果见表4。

表4 加标回收实验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 称样量/g | 样品聚苯酯含量/% | 加入聚苯酯量/g | 测得聚苯酯量/g | 回收率/% |
| P001（CuAl-PHB） | 10.000 | 4.60 | —— | —— | —— |
| P001（CuAl-PHB） | 10.000 | —— | 2.000 | 2.48 | 100.76 |
| P001（CuAl-PHB） | 10.000 | —— | 1.000 | 1.48 | 101.45 |
| P004（AlSi-PHB） | 10.000 | 44.49 | —— | —— | —— |
| P004（AlSi-PHB） | 10.000 | —— | 2.000 | 5.94 | 92.11 |
| P004（AlSi-PHB） | 10.000 | —— | 1.000 | 5.01 | 91.94 |

由实验结果可知，本方法加标回收率在91.94%～101.45%之间，能够满足金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定要求。

一验单位矿冶科技集团有限公司以该试验方法对加标回收进行了验证，矿冶科技集团有限公司测得加标回收率在95.49%～102.99%，得到的结论证明该方法能够满足金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定要求。

3.7 方法精密度

3.7.1 起草单位的精密度实验

按照实验方法，对收集到的四个总聚苯酯含量不同的金属基复合粉末样品进行9次测定，结果见表5。

表5 样品测定结果及精密度（n=9）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | *wt*/%（两位小数） | 平均值*w*/% | 标准偏差 | RSD% |
| P001 | 4.52 4.59 4.40 4.47 4.50 4.34 4.34 4.13 4.15 | 4.38 | 0.160 | 3.65 |
| P002 | 12.60 12.54 12.44 12.38 12.43 12.89 12.74 12.82 12.79 | 12.63 | 0.190 | 1.51 |
| P003 | 24.60 24.52 24.5624.54 24.52 24.6224.69 24.63 24.63 | 24.59 | 0.0585 | 0.238 |
| P004 | 44.57 43.93 43.6644.15 43.94 45.3445.28 43.42 43.58 | 44.21 | 0.710 | 1.61 |

由实验结果可知，本方法测定金属基封严复合粉末中聚苯酯含量RSD在0.89%～4.77%之间，满足金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定。

3.7.2 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4种金属基封严复合粉末分别独立测定9次，测定结果见表6所示。

表6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 | P001 | 4.30 4.32 4.41 4.24 4.25 4.354.39 4.42 4.26 | 4.33 | 0.070 | 1.61 |
| P002 | 12.69 12.78 12.62 12.74 12.68 12.59 12.79 12.61 12.64 | 12.68 | 0.074 | 0.58 |
| P003 | 24.72 24.76 24.73 24.98 24.98 25.13 24.71 24.85 24.83 | 24.85 | 0.146 | 0.59 |
| P004 | 44.98 44.77 44.57 44.89 44.63 43.98 44.01 41.36 40.79 | 43.78 | 1.58 | 3.60 |
| 上海有色金属工业技术监测中心有限公司 | P001 | 4.77 4.68 4.53 4.55 4.45 4.644.70 4.75 4.50 | 4.62 | 0.116 | 2.51 |
| P002 | 12.91 12.62 12.71 13.03 12.7812.85 12.99 12.65 12.95 | 12.83 | 0.151 | 1.18 |
| P003 | 23.65 24.25 24.58 23.86 23.9424.34 24.42 23.74 23.99 | 24.08 | 0.323 | 1.34 |
| P004 | 44.77 44.73 44.51 44.91 44.8344.64 44.58 44.67 44.85 | 44.72 | 0.131 | 0.29 |
| 国标（北京）检验认证有限公司 | P001 | 4.77 4.70 4.75 4.65 4.77 4.69 4.70 4.79 4.72 | 4.73 | 0.046 | 0.97 |
| P002 | 12.48 12.55 12.69 12.50 12.58 12.68 12.62 12.60 12.51 | 12.58 | 0.076 | 0.61 |
| P003 | 25.01 25.01 24.98 24.96 24.90 24.99 25.01 24.93 25.02 | 24.98 | 0.042 | 0.17 |
| P004 | 44.38 44.30 44.40 44.35 44.3344.31 44.28 44.27 44.30 | 44.32 | 0.045 | 0.11 |
| 钢铁研究总院有限公司 | P001 | 4.52 4.62 4.60 4.71 4.64 4.554.69 4.62 4.70 | 4.63  | 0.066  | 1.42  |
| P002 | 12.05 12.20 12.48 12.43 12.2012.19 12.31 12.49 12.42 | 12.31  | 0.156  | 1.27  |
| P003 | 23.94 23.91 24.24 23.82 24.1523.95 24.07 24.24 23.88 | 24.02  | 0.158  | 0.66 |
| P004 | 43.67 43.87 43.72 43.82 44.2543.76 44.39 43.66 43.92 | 43.90 | 0.258 | 0.59 |

3.8 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4个水平金属基封严复合粉末品中聚苯酯含量进行了测定，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。

3.8.1 各参与单位使用数据平均值统计

表7 各参与单位实验数据平均值统计

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号单位编号 | P001 | P002 | P003 | P004 |
| 1  | 4.38 | 12.63 | 24.59 | 44.21 |
| 2  | 4.33 | 12.68 | 24.85 | 43.78 |
| 3  | 4.62 | 12.83 | 24.08 | 44.72 |
| 4  | 4.73 | 12.58 | 24.98 | 44.32 |
| 5  | 4.63 | 12.31 | 24.02 | 43.90 |
| 总平均值*w*/% | 4.53 | 12.61 | 24.50 | 44.19 |

3.8.2 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6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8数据采用线性内插法或外延法求得：

表8 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *WCl*/ % | 4.53 | 12.61 | 24.50 | 44.19 |
| *r* / % | 0.31  | 0.45  | 0.57  | 2.38  |

3.8.3 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7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8数据采用线性内插法或外延法求得：

表9 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *WCl*/ % | 4.53 | 12.61 | 24.50 | 44.19 |
| *R* / % | 0.51  | 0.78  | 1.21  | 2.46  |

3.9 分析方法水平简析及验证情况

目前国内外测定金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的方法主要为烧蚀重量法，但各单位的烧蚀温度、烧蚀时间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，很好解决了金属基封严复合粉末中聚苯酯含量快速、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金属基封严复合粉末生产、研发、应用和检测的实际技术水平。本文件颁布执行后，将在国内形成对金属基封严复合粉末中聚苯酯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。

 《金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定 重量法》

标准编制组

二〇二五年六月