ICS 77.160

CCS H 16

|  |
| --- |
|       |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T ×××××—××××

|  |
| --- |
|       |

金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定 重量法

 Determination of polymer content in metal based seal composite powder- Gravimetric method

|  |
| --- |
|  |
|       |

×××× - ×× - ××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、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。

本文件主要起草人：

金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定 重量法

1. 范围

本文件描述了重量法测定金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的方法。

本文件适用于金属基封严复合粉末中聚苯酯含量的测定，聚苯酯含量为4.00%~45.00%。

本文件不适用于测定含有碳水化合物、碳酸盐的材料的聚苯酯含量。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

* 1. 金属基封严复合粉末（metal based seal composite powder）

指用于封严涂层制备的含有聚苯酯的金属基复合粉末。

1. 原理

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。

1. 仪器设备
	1. 箱式电阻炉：可控温度在室温~600℃，控温精度±5℃。
	2. 电子天平：精度达到0.0001g。
	3. 刚玉坩埚：在试验前将试验容器放入箱式电阻炉中灼烧，在800℃~1000℃下灼烧3h~4h后放入干燥皿中。
	4. 电热恒温鼓风干燥箱：可控温度在（120±5）℃。
2. 样品

样品为粉末状，干燥环境储存，试验前经250μm（60目）筛网筛除杂质。放入电热恒温鼓风干燥箱中，干燥箱温度设置为120℃，烘干2h后，置于干燥皿中降至室温，待测。

1. 试验步骤
	1. 试料

 称取10g样品（6），精确至0.0001g，或由供需双方协商确定。

* 1. 平行试验

 平行做两份试验。

* 1. 测定
		1. 称量灼烧后的刚玉坩埚质量记为*M*0。
		2. 将试料（7.1）置于刚玉坩埚（5.3）内，称量试料（7.1）+刚玉坩埚的总质量*M*1。
		3. 将装有试料（7.1）的刚玉坩埚放入箱式电阻炉中，电阻炉温度设置为200℃，烧蚀时间为2h。
		4. 烧蚀结束后，将刚玉坩埚（7.3.3）放入干燥皿中，冷却至室温后取出，称重试料+刚玉坩埚的总质量*M*2。
		5. 将刚玉坩埚（7.3.4）再次放入箱式电阻炉中，电阻炉温度设置为450℃，烧蚀时间为6h。
		6. 烧蚀结束后，将刚玉坩埚（7.3.5）放入干燥皿中，冷却至室温后取出，称重试料+刚玉坩埚的总质量*M*3。
1. 计算与结果

金属基封严复合粉末中聚苯酯含量（ω）按照公式（1）计算：

$ω=\left（\frac{\left(M\_{1}-M\_{3}\right)-(M\_{1}-M\_{2})}{M\_{1}-M\_{0}}\right）×100\%$…………………………………………………（1）

式中：

M0——刚玉坩埚质量，单位为克（g）；

M1——装有干燥样品的刚玉坩埚质量，单位为克（g）；

M2——200℃烧蚀冷却后样品及刚玉坩埚质量，单位为克（g）；

M3——450℃烧蚀冷却后样品及刚玉坩埚质量，单位为克（g）；

计算结果保留2位小数，数值修约按照GB/T 8170的规定执行。

1. 精密度
	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，在以下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）按附录中表A.1的数据采用线性内插法求得：

表1 重复性限

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

* 1. 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性（R）的情况不超过5%，再现性（R）按附录中表A.1的数据采用线性内插法求得：

表2 再现性限

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

1. 试验报告

试验报告应包括以下内容：

1. 样品名称、编号、分析日期等信息；
2. 使用的方法；
3. 分析结果及其表示；
4. 实验过程中观察到的异常现象；
5. 对分析结果有影响而本文件未包括的操作或者任选的操作；
6. 本文件编号。

附录A

（资料性）

精密度试验原始数据

精密度数据是在2025年由5家实验室对聚苯酯含量的4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总硼含量在重复性条件下独立测定9次。测定的原始数据见表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 | P001 | 4.52 | 4.59 | 4.40 | 4.47 | 4.50 | 4.34 | 4.34 | 4.13 | 4.15 |
| P002 | 12.60 | 12.54 | 12.44 | 12.38 | 12.43 | 12.89 | 12.74 | 12.82 | 12.79 |
| P003 | 24.60 | 24.52 | 24.56 | 24.54 | 24.52 | 24.62 | 24.69 | 24.63 | 24.63 |
| P004 | 44.57 | 43.93 | 43.66 | 44.15 | 43.94 | 45.34 | 45.28 | 43.42 | 43.58 |
| 2 | P001 | 4.30 | 4.32 | 4.41 | 4.24 | 4.25 | 4.35 | 4.39 | 4.42 | 4.26 |
| P002 | 12.69  | 12.78  | 12.62  | 12.74  | 12.68  | 12.59  | 12.79  | 12.61  | 12.64  |
| P003 | 24.72  | 24.76  | 24.73  | 24.98  | 24.98  | 25.13  | 24.71  | 24.85  | 24.83  |
| P004 | 44.98  | 44.77  | 44.57  | 44.89  | 44.63  | 43.98  | 44.01  | 41.36  | 40.79  |
| 3 | P001 | 4.52 | 4.62 | 4.60 | 4.71 | 4.64 | 4.55 | 4.69 | 4.62 | 4.70 |
| P002 | 12.05 | 12.20 | 12.48 | 12.43 | 12.20 | 12.19 | 12.31 | 12.49 | 12.42 |
| P003 | 23.94 | 23.91 | 24.24 | 23.82 | 24.15 | 23.95 | 24.07 | 24.24 | 23.88 |
| P004 | 43.67 | 43.87 | 43.72 | 43.82 | 44.25 | 43.76 | 44.39 | 43.66 | 43.92 |
| 4 | P001 | 4.77  | 4.68  | 4.53  | 4.55  | 4.45  | 4.64  | 4.70  | 4.75  | 4.50  |
| P002 | 12.91  | 12.62  | 12.71  | 13.03  | 12.78  | 12.85  | 12.99  | 12.65  | 12.95  |
| P003 | 23.65  | 24.25  | 24.58  | 23.86  | 23.94  | 24.34  | 24.42  | 23.74  | 23.99  |
| P004 | 44.77  | 44.73  | 44.51  | 44.91  | 44.83  | 44.64  | 44.58  | 44.67  | 44.85  |
| 5 | P001 | 4.52 | 4.62 | 4.60 | 4.71 | 4.64 | 4.55 | 4.69 | 4.62 | 4.70 |
| P002 | 12.05 | 12.20 | 12.48 | 12.43 | 12.2 | 12.19 | 12.31 | 12.49 | 12.42 |
| P003 | 23.94 | 23.91 | 24.24 | 23.82 | 24.15 | 23.95 | 24.07 | 24.24 | 23.88 |
| P004 | 43.67 | 43.87 | 43.72 | 43.82 | 44.25 | 43.76 | 44.39 | 43.66 | 43.92 |

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