

T/HNAFQ

河南省质量协会团体标准

T/HNAFQ XXXX—XXXX

人造金刚石微粉灰分含量检测技术规范

Technical Specification for Determination of Ash Content of Synthetic
Diamond Micropowder

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

- XX - XX 实施

河南省质量协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 术语和定义	3
4 燃烧失重法测定灰分	3
5 检测步骤	3
6 结果计算与表述	4
7 试验报告	4

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。

本文件由河南省人造金刚石微粉产品质量检验检测中心提出。

本文件由河南省质量协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

人造金刚石微粉灰分含量检测技术规范

1 范围

本文件规定了采用燃烧失重法测定人造金刚石微粉灰分含量的方法原理、仪器设备、检测步骤、结果计算、试验报告及不确定度评估要求。

本文件适用于人造金刚石微粉灰分含量的检测。

2 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 35477—2017 超硬磨料 人造金刚石微粉

JB/T 3914 超硬磨料 取样方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 燃烧失重法测定灰分

4.1 方法原理

在高温灼烧条件下，人造金刚石微粉中的碳被氧化生成二氧化碳，残留物质为灰分。通过准确称量灼烧前后试样质量，以残留物质量与原始干燥试样质量的百分比表示灰分含量。

4.2 仪器设备

4.2.1 箱式电阻炉：温度可控，最高加热温度不低于 1200℃。

4.2.2 电子天平：分度值为 0.0001g。

4.2.3 坩埚：容量 30mL~50mL，耐高温灼烧。

4.2.4 干燥器：内盛变色硅胶或无水氯化钙。

4.2.5 铂坩埚钳：耐高温、耐腐蚀，适用于高温环境下坩埚的夹取。

4.2.6 镊子：干燥、清洁、坚硬，便于夹取坩埚。

4.2.7 样品勺：干燥、无污染。

4.2.8 不锈钢托盘：坚固，易清洁。

4.2.9 石棉网：耐高温，干净无屑。

5 检测步骤

5.1 检测环境：温度 15℃~30℃，相对湿度 30%~70%。

5.2 将箱式电阻炉升温至 1000℃。

5.3 用铂坩埚钳将两个洁净的坩埚放置箱式电阻炉内灼烧 30 分钟，取出后放置在石棉网上稍冷，置于干燥器中冷却至室温，称量。重复灼烧 30 分钟，直至前后两次称量质量差小于 0.0003 g，视为恒重。

5.4 用天平分别称量两个坩埚的质量并做好记录。

5.5 用样品勺向两个坩埚中分别加入 (1.0000 ± 0.1000) g 人造金刚石微粉样品，均匀平铺，称量坩埚与样品总质量，做好记录（精确到 0.0001g）。

5.6 称量时，应用镊子夹取坩埚，不得用手直接接触。

- 5.7 用铂坩埚钳将两个装有被测样品的坩埚放置在 1000℃箱式电阻炉内，灼烧 120 分钟。若烧失不充分，应延长灼烧时间至恒重。
- 5.8 用铂坩埚钳取出坩埚，放置在石棉网上，稍冷，放入干燥器中冷却 30 分钟，降至室温。
- 5.9 称量灼烧后坩埚与残留物总质量并做好记录（精确到 0.0001g）。
- 5.10 首次使用该方法前应进行不确定度评估，样品检测应在评估有效期内进行。

6 结果计算与表述

- 6.1 试验记录应填写在记录表中。
- 6.2 计算方法，根据盛有待测样品的坩埚及灼烧前后的质量，按照（1）式计算被测微粉样品的灰分含量。

$$W = \left(\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \right) \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

W -人造金刚石微粉的灰分含量百分比（%）

m_1 -空白坩埚质量（g）

m_2 -坩埚与样品质量（g）

m_3 -灼烧后坩埚与残留质量（g）。

- 6.3 以两次平行测定结果的算术平均值为最终结果，有效数字保留到小数点后两位。
- 6.4 平行检测结果的相对偏差应不大于 10%，否则应重新测定。

7 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- a) 试样名称；
- b) 所使用的标准；
- c) 所使用的方法；
- d) 分析结果；
- e) 试验过程中观察到的异常现象；
- f) 试验人员；
- g) 试验日期。

附录 A
(资料性)
不确定度的相关说明

A.1 在人造金刚石微粉灰分含量分析方法用于产品检测前, 首先应执行本程序进行不确定度评估。评估有效期为1年。

A.2 分析不确定度来源

人造金刚石微粉灰分含量分析结果计算公式如(1)式所示。

$$W = \left(\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \right) \times 100\% \quad (1)$$

根据(1)分析, 分析结果不确定度分量包括三项, 如(2)式所示。

$$U_w = \sqrt{U_{m1}^2 + U_{m2}^2 + U_{m3}^2} \quad (2)$$

U_w —分析结果不确定度

U_{m1} —空白坩埚称量不确定度

U_{m2} —样品与坩埚称量不确定度

U_{m3} —灼烧后坩埚与残留物称量不确定度

根据偏导原理, 可推导出各不确定度分量, 计算公式如下:

$$U_{m1} = \frac{\Delta m_1}{(m_2 - m_1)} \quad U_{m2} = \frac{(m_3 - m_1)\Delta m_2}{(m_2 - m_1)} \quad U_{m3} = \frac{\Delta m_3}{(m_2 - m_1)}$$

Δm_1 ; Δm_2 ; Δm_3 分别代表空坩埚、带有样品的坩埚以及灼烧后坩埚的称量不确定度, 它们的不确定度都等同于空坩埚的称量不确定度。 U_{m2} 是一个无穷小量, 可以忽略不计。

A.3 确认分析结果的不确定度:

$$U_w = \sqrt{U_{m1}^2 + U_{m2}^2 + U_{m3}^2} \approx \sqrt{U_{m1}^2 + U_{m3}^2} \quad (3)$$

取包含因子 $k=2$, 扩展不确定度 $U_{wc}=2 \times U_w$, 对应包含概率为95%。

A.4 评估不确定度分量

取分析常用的坩埚, 称量10次, 计算标准偏差, 将标准偏差与天平给定的不确定度, 按照不确定度合成原理计算出不确定度, 然后按照(3)的计算方法计算分析结果的总不确定度。