

高纯钛化学分析方法
痕量杂质元素含量的测定
电感耦合等离子体质谱法

编制说明
(讨论稿)

主编单位：国标（北京）检验认证有限公司

2022年3月

**高纯钛化学分析方法
痕量杂质元素含量的测定
电感耦合等离子体质谱法
编制说明（讨论稿）**

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 2022 年第二批行业标准制修订计划和外文版项目计划》（工信厅科[2022]158 号）的文件精神，行业标准《高纯钛化学分析方法 痕量杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》由全国有色金属标准化技术委员会负责归口，由国标（北京）检验认证有限公司负责起草，由金川集团股份有限公司、广东省工业分析检测中心、宝鸡钛业股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、西安西部新锆科技股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、有研亿金新材料有限公司、湖南航天天麓新材料检测有限责任公司、宁波创润新材料有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司参与起草。该项目计划编号 2022-0835T-YS，项目计划完成时间为 2023 年。

1.2 主要参加单位介绍

本文件起草单位有：国标（北京）检验认证有限公司、金川集团股份有限公司、广东省工业分析检测中心、宝鸡钛业股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、西安西部新锆科技股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、有研亿金新材料有限公司、湖南航天天麓新材料检测有限责任公司、宁波创润新材料有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司。

其中国标（北京）检验认证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、试验报告和编制说明的撰写。金川集团股份有限公司、广东省工业分析检测中心为一验单位，负责对试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。宝鸡钛业股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、西安西部新锆科技股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、有

研亿金新材料有限公司、湖南航天天麓新材料检测有限责任公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司为二验单位，负责提供精密度试验数据，并对标准文本提出修改意见。宝鸡钛业股份有限公司和宁波创润新材料有限公司负责提供高纯钛样品。

起草单位国标（北京）检验认证有限公司作为国合通用测试评价认证股份公司的全资子公司，前身是北京有色金属研究总院分析测试技术研究所，是国内知名的第三方检验机构。国合通用测试评价认证股份公司于2017年8月17日成立，注册资金5亿元，其实际控制人为有研科技集团有限公司，是我国有色金属行业规模最大的综合性研究开发机构之一。公司自成立以来，承担着“国家新材料测试评价平台-主中心”建设项目，积极整合完善现有测试评价、设计应用、大数据等平台资源，逐步形成立足北京、布点全国、服务全行业的国家新材料测试评价平台。国标（北京）检验认证有限公司运营管理着国家有色金属及电子材料分析测试中心和国家有色金属质量监督检验中心，拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍，自2004年至今共承担了国家科技支撑计划、国家863计划、国家自然科学基金、军工配套等省部级科技项目40余项；曾获国家科技进步奖6项，国家发明奖3项，省部级科技进步一等奖10项，二、三等奖107项；近5年获得国家发明专利20余项；负责和参加起草制订分析方法国家标准、行业标准300余项；国家标准物质标准样品120个，在国内外科技期刊上发表论文800余篇，撰写论著22部。

1.3 主要工作过程

国标（北京）检验认证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。主要工作过程安排如下：

1.3.1 起草阶段

（1）任务落实：

2022年11月1日~11月5日全国有色金属标准化技术委员会年会召开，稀有金属分标委年会会议上对《高纯钛化学分析方法 痕量杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》行业标准进行了任务落实。会议确定了本标准由国标（北京）检验认证有限公司作为该标准主起草单位，由金川集团股份有限公司、广东省工业分析检测中心、宝鸡钛业股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、西安西部新锆科技股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、有研亿金新材料有限公司、湖南航天天麓新材料检测有限责任公司、宁波创润新材料有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司等十几家单位参与起草。会上确

定采用电感耦合等离子体质谱法测定高纯钛中的铝、钒、铬、锰、镍、铁、镓、锶、锆、钼、钨、铋、锡、铅元素的含量，测定范围为 0.0001%~0.010%；同时确定了样品提供单位、制订计划、时间节点等事项，并形成了任务落实会的会议纪要。

(3) 样品收集及试验研究：

2022 年 12 月~2023 年 2 月草单位完成样品采集工作；

2023 年 2 月~2023 年 5 月主起草单位完成主要试验工作，形成征求意见稿，并将试验报告和样品发给各验证单位；

2023 年 6 月~2023 年 8 月验证单位完成验证工作，将验证报告返给主起草单位，主起草单位进行数理统计，形成标准讨论稿；

2023 年 8 月~2021 年 9 月根据各参与单位意见，完善标准文本，形成标准预审稿，召开标准预审会；

2023 年 9 月~2023 年 11 月根据标准预审会意见完善标准文本、编制说明和征求意见汇总表，形成标准送审稿，召开标准审定会；

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：试验方法标准》、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 适用性和先进性：

依据 GB/T 2524-2019《海绵钛》、GB/T 3620.1-2016《钛及钛合金牌号及化学成分》、YS/T 1236-2018《超高纯钛锭》产品标准的要求，并结合高纯钛材料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。通过充分调研，采用操作简便、灵敏度高、精密度好和准确度高、在行业内普及的电感耦合等离子体质谱法，能很好地满足行业对高纯钛材料的分析测试需求，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

3.1 测定元素种类与范围的确定

本标准测定基体为高纯钛，对近几年制定或者更新的钛的产品标准 GB/T 2524-2019《海绵钛》、GB/T 3620.1-2016《钛及钛合金牌号及化学成分》、YS/T 1236-2018《超高纯钛锭》和 YS/T 892-2013 进行对比：

GB/T 2524-2019《海绵钛》包含金属元素有：Fe, Si, Mn, Mg, Ni, Cr。

GB/T 3620.1-2016《钛及钛合金牌号及化学成分》包含金属元素有 Al、Si, V, Mn, Fe, Ni, Cu, Zr, Nb, Mo, Sn, Ta 等。

YS/T 1236-2018《超高纯钛锭》包含金属元素有：Ag, Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Si, Sn, V, W, Zn, Zr。

YS/T 892-2013《高纯钛化学分析方法 痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》中包含元素 V、Mn、Ga、Sr、Zr、Mo、Cd、Sb、Sn、Pb，测定范围为 0.0001%~0.0050%，此标准中分析元素的数量不能满足新版产品标准中的检测要求，分析标准落后于产品标准，导致无法准确判定产品纯度。产品标准中某些牌号的规定元素含量很高，如 GB/T 2524-2019《海绵钛》和 GB/T 3620.1-2016《钛及钛合金牌号及化学成分》规定的元素，含量在 0.x~0.0x%，都不适合利用 ICP-MS 进行检测，可以利用分析方法标准 GB/T 4698.1~4698.25《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法》进行检测。在 YS/T 1236-2018《超高纯钛锭》中各牌号要求的元素 Al, Fe, Ni, Cr 检测范围在 0.000X%，是比较适合利用 ICP-MS 进行检测的含量范围，因此修订 YS/T 892-2013 时增加检测元素 Al, Fe, Ni, Cr，达到产品标准的要求。

作为第三方检测机构，公司经常收到客户委托检测纯钛中的 Al, Fe, Ni, Cr, Ca 等元素。因此修订 YS/T 892-2013 高纯钛分析方法标准迫在眉睫，即补充有色金属钛材料的测试评价方法，又完善有色金属新材料测试评价体系，为有色稀有金属材料行业发展提供技术支撑。因此本标准利用电感耦合等离子质谱仪测定高纯钛中的铝、钒、铬、锰、镍、铁、镓、锶、锆、钼、钨、铌、锡、铅共十四种元素。

本标准制定一项针对高纯钛中铝、钒、铬、锰、镍、铁、镓、锶、锆、钼、钨、铌、锡、铅等杂质元素的电感耦合等离子体质谱法的分析测试标准具有一定的必要性。

3.1 测定范围的确定

本标准适用于高纯钛中杂质元素含量的测定。本标准的测定范围以国内现行的产品标准产品标准 GB/T 2524-2019《海绵钛》、GB/T 3620.1-2016《钛及钛合金牌号及化学成分》YS/T 1236-2018《超高纯钛锭》中规定的杂质元素的含量范围为依据。为了能够充分覆盖产品标准中规定的含量范围，同时考虑到高纯钛的研发和生产，故本标准铝、钒、铬、锰、镍、铁、镓、锶、锆、钼、钨、铌、锡、铅测定范围为 0.0001%~0.010%。

3.2 样品的溶解

