

高钛渣、金红石化学分析方法
第 9 部分：杂质成分含量的测定
电感耦合等离子发射光谱法
YS/T514.9-XXXX

编

制

说

明

(送审稿)

新疆湘润新材料科技有限公司

2023 年 07 月

高钛渣、金红石化学分析方法

第 9 部分：杂质成分含量的测定

电感耦合等离子发射光谱法

编制说明

一、工作简况

1.1 任务来源

根据《全国有色金属标准化技术委员会 有色标委【2002】102 号关于转发 2022 年第一批有色金属国家、行业、协会标准制（修订）项目计划的通知》的要求，由新疆湘润新材料科技有限公司负责修订《高钛渣、金红石化学分析方法 第 9 部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》的行业标准，由遵义钛业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、攀钢集团研究院有限公司、云南国钛金属股份有限公司、河南龙兴钛业科技股份有限公司参与起草。计划编号为 2022-0456T-YS，计划完成年限为 2023 年 10 月。

1.2 背景

YS/T514.9-2009 金红石采用微波消解溶解试剂，没有规定采用高温高压微波消解仪和推荐微波消解仪的溶解条件，高钛渣采用铂金坩埚沙浴上加热溶解试剂，有的成分挥发损失，较为耗时，且检测的效率较为低下；YS/T514.9-2009 只测定了氧化钙、氧化镁、一氧化锰、磷、三氧化铬、五氧化二钒的含量，检测范围较窄，由于当前钛行业的冶金产品增加了对铁、三氧化二铝、二氧化硅、二氧化锡、五氧化二铌、二氧化锆等有害杂质元素的要求，旧的检测标准已经满足不了当前的检测需求，因此需要进行修订。

1.3 主要参加单位和工作成员及其所做的工作

新疆湘润新材料科技有限公司为标准主编单位，在标准制定过程中负责对高钛渣、金红石产品当前和预期检测的需求进行了调研，并对国内该行业各家检测实验室所采用的检测方法情况进行了全面了解，制定了试验方案，进行了试验样品搜集，试验研究和数据分析统计，完成了标准文稿、研究报告和编制说明的撰写，并广泛征求国内同行实验室及相关企业意见。

遵义钛业股份有限公司和昆明冶金研究院有限公司为第一验证单位，在标准制定过程中负责对标准文稿中确定的每一个参数条件进行验证，并对验证样品进行检测，对试验方案、标准征求意见稿、研究报告和编制说明均提出了修改建议，并配合主编单位进行了前期调研和起草过程中的征求意见工作。

广东省科学院工业分析检测中心、攀钢集团研究院有限公司、云南国钛金属股份有限公司和河南龙兴钛业科技股份有限公司为第二验证单位，主要负责对验证样品进行测试，提供不同实验室的比对数据，并对标准征求意见稿提出修改建议。主要工作成员所负责的工作情况，本标准主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

起草人	工作职责
杨再江、杜桃花	标准工作的整体协调和推进、标准修订前期调研、试验方案的确定、

	试验样品的搜集、标准编写材料的收集、标准文稿的编写，研究报告及编制说明的撰写等。
马武威、阿不里米提卡德尔、黄欢欢	协助完成 ICP 的相关试验，与验证单位联系。
张瑾洁、瞿昕微、罗霖、李超、王劲榕、刘英波	负责就方法一验工作，对确定的分析方法中各项参数条件、试验步骤以等进行全面验证，对验证样品进行测定，并完成精密度数据。
张永进、成勇、刘力维、晁丹、王攀峰、牛彭彭	负责二验，对验证样品进行测试，客观提供比对试验数据，提供精密度数据。

1.4 主要工作过程

1.4.1 预研阶段

新疆湘润新材料科技有限公司和遵义钛业股份有限公司调研了高钛渣、金红石的检测需求，在大量的生产实践和实验基础上，提出利用微波消解消解样品，采用电感耦合等离子发射光谱仪来测定高钛渣、金红石中氧化钙、氧化镁、一氧化锰、五氧化二磷、铁、三氧化二铝、二氧化硅、三氧化二铬、五氧化二钒、氧化锆、五氧化二铌和氧化锡量，为高钛渣、金红石提供了通用的杂质检测方法，同时随着钛系列产品质量要求的提高，高钛渣、金红石中杂质含量需要严格控制，从样品前处理条件，检测仪器的选择等方面进行了大量试验研究，形成了《高钛渣、金红石化学分析方法 第 9 部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准草案。

1.4.2 立项阶段

2021 年 04 月在贵阳召开的标准工作会，新疆湘润新材料科技有限公司向全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委全体委员会议提交了《高钛渣、金红石化学分析方法 第 9 部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准修订项目建议书、标准草案等材料，经过分标委委员的讨论、同意后，由秘书处上报国标委。

2022 年 8 月 11 日，《全国有色金属标准化技术委员会 有色标委【2002】102 号关于转发 2022 年第一批有色金属国家、行业、协会标准制（修订）项目计划的通知》的要求，行业标准《高钛渣、金红石化学分析方法第 9 部分：杂质成分含量的测定电感耦合等离子发射光谱法》修订项目计划编号为 2022-0456T-YS，完成年限为 2023 年 10 月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

1.4.3 起草阶段

(1) 2022 年 08 月在宜昌关于召开《铝产品用粉末涂料》等 83 项轻、稀有、粉末冶金标准工作会，经过任务落实，《高钛渣、金红石化学分析方法 第 9 部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准由新疆湘润新材料科技有限公司负责修订，遵义钛业股份有限公司和昆明冶金研究院有限公司为第一验证单位，广东省科学院工业分析检测中心、攀钢集团研究院有限公司、云南国钛金属股份有限公司和河南龙兴钛业科技股份有限公司为第二验证单位。

(2) 2022年08月20日,成立了标准编制工作组,确定了各成员的工作职能和任务,制定了工作计划和进度安排。

(3) 2022年08~09月,编制小组查阅、整理和收集相关文献资料,对使用高钛渣、金红石的公司进行调研,形成了分析方法的整体研究思路,并开展试验样品搜集和前期探究性试验等工作,组织参编单位进行了讨论形成了《高钛渣、金红石化学分析方法 第9部分: 杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》(标准**草案稿**)及编制说明。起草单位2022年9月将样品和标准文本邮寄给各验证单位进行验证。截止2023年2月15日,一验单位陆续完成标准的验证工作并返回验证报告。综合验证单位意见,起草单位对草案稿进行修改完善,形成了《高钛渣、金红石化学分析方法 第9部分: 杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》的**征求意见稿**。

1.4.4 征求意见阶段

2023年2月21~23日由全国有色金属标准化技术委员会在广东佛山召开的《镍钴锰三元素复合氧化物》等91项有色金属标准工作会进行了讨论。与会专家对标准的**征求意见稿**进行了认真、热烈的讨论,并提出了修改意见和建议。截止2023年4月20日,各验证单位完成标准的验证工作并返回验证报告。综合验证单位意见,起草单位对**征求意见稿**进行修改完善,形成了《高钛渣、金红石化学分析方法 第9部分: 杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》的**预审稿**。

2023年X月,全国有色标准化技术委员会将征求意见资料在国家标准化管理委员会的“公共服务平台”上挂网,向社会公开征求意见。同时,全国有色标准化技术委员会通过工作群、邮件向委员单位征求意见,并将征求意见资料在 www.cnsmq.com 网站上挂网。征求意见的单位包括主要生产、经销、使用、检验单位,征求意见单位广泛且有代表性。

2023年3-4月,编制小组根据工作会议要求,修订单位在此基础上对标准进行了认真修改,并开展验证试验。收到各家验证单位的测试数据和修改意见后,随即进行汇总、统计和分析,完善标准征求意见稿和编制说明。2023年4月30日,编制小组根据各单位的回函意见对标准进行修改完善,2023年5月23日修改完善形成了标准《**预审稿**》。

2023年5月29~31日,由全国有色金属标准化技术委员会在云南大理组织召开的《高纯硼酸锂》等937项有色金属标准工作会进行了讨论,对该标准**预审稿**初稿进行了充分讨论。会后,编制组根据会议意见,对标准进行修改和完善,形成了标准《**送审稿**》及其编制说明,进一步征求意见。编制组根据征求意见情况,于2023年7月10日对标准进行修改和完善,形成了标准《**送审稿**》及《**编制说明**》。

1.4.5 审查阶段

2023年7月17~20日,由全国有色金属标准化技术委员会在十堰组织召开有色金属标准工作会,对本标准进行审定。来自XXX、XXX、XXX等家单位XX名专家(详见有色金属标准审定专家签名表)参加了会议。会议对标准**送审稿**进行了审定,见《有色金属标准审定会会议纪要》。

与会专家对《高钛渣、金红石化学分析方法 第9部分: 杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准的**送审稿**进行了认真审定,提出金条修改意见,编制小组会后按照专家的修改意见进行了修改,完善了《**送审稿**》及《**送审稿编制说明**》。

1.4.6 报批阶段

标准编制组对标准文本和编制说明进行修改完善，形成标准报批稿报送至全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243），现上报至国家标准化管理委员会审批、发布。

二 标准编制原则

2.1 符合性：标准完全按照 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》和 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行编制，并且遵守国家安全、卫生、环保等法律、法规的要求。

2.2 合理性：本文件中利用微波消解消解样品，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法对高钛渣、金红石中杂质元素含量进行测定，国内实验室普遍具备此设备能力；经过调研，充分考虑高钛渣、金红石产品当前和预期检测的需要，检测范围涵盖了当前高钛渣、金红石产品中需检测的对应范围。

2.3 先进性：标准制定过程中参阅了大量文献资料，充分借鉴了国内外相关标准中的先进思路和方法，简化样品处理的实验步骤，缩短了分析时间，节约分析成本，满足钛及钛合金相关产品不断发展水平和实际生产和使用的需求，提高检测标准的适用性，本方法涉及的内容及技术水平不低于当前国际先进水平。

三 标准主要内容的确定依据

本标准增加了铁、三氧化二铝、二氧化硅、氧化锆、五氧化二铌和氧化锡成分的测定，更改了高钛渣样品的溶解方式，氧化镁的测定范围由 0.01~5%修定为 0.01~7%，允许差修定为再现性。

3.1 分析方法的确定

电感耦合等离子体原子发射光谱法具有分析线性范围宽、检出限低、元素间干扰小、精密度好、仪器操作简便和分析速度快等优点，微波消解消解样品速度快、挥发性元素不损失，目前已经在分析检测领域广泛应用。因此本标准利用微波消解消解样品，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高钛渣、金红石中杂质元素的含量。

3.2 元素测定范围确定

制定高钛渣、金红石中杂质元素的含量测定范围时，结合日常检测样品实际情况，根据试验确定了方法各元素的定量下限，确定出本标准各元素的测定范围，见表 2。

表 2 元素的测定范围

元素	质量分数/ %	元素	质量分数/ %
CaO	0.01~5.00	SiO ₂	0.10~6.00
MgO	0.01~7.00	Cr ₂ O ₃	0.01~2.00
MnO	0.01~5.00	V ₂ O ₅	0.01~1.50
P ₂ O ₅	0.01~1.00	ZrO ₂	0.01~5.00
Fe	0.10~10.00	Nb ₂ O ₅	0.01~1.50
Al ₂ O ₃	0.10~5.00	SnO ₂	0.01~1.50

