

行业标准《钽铁、铌铁精矿化学分析方法第2部分：
二氧化钛含量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法和电
感耦合等离子体原子发射光谱法》

编
制
说
明

(讨论稿)

赣州有色冶金研究所有限公司

二〇二四年一月

行业标准《钽铁、铌铁精矿化学分析方法第 2 部分：二氧化钛含量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》

(讨论稿) 编制说明

一、工作简况

(一) 任务来源

根据 2023 年 4 月 17 日,工业和信息化部《关于印发 2023 年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》(工信厅科函[2023]18 号)的要求,行业标准《钽铁、铌铁精矿化学分析方法第 2 部分:二氧化钛含量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》修订项目由全国有色金属标准化技术委员会归口,项目计划编号:2023-0419T-YS,由赣州有色冶金研究所有限公司负责起草,项目周期 18 个月。

(二) 主要参加单位和工作成员及其所作的工作

1.主要参加单位情况

本文件起草单位:赣州有色冶金研究所有限公司,中国有色桂林矿产地质研究院有限公司,紫金矿业集团股份有限公司,九江有色金属冶炼有限公司,广东广晟稀有金属光电新材料有限公司,稀美资源有限公司,浙江创欣新材料有限公司,大冶有色设计研究院有限公司,紫金铜业有限公司。

赣州有色冶金研究所有限公司是本项目负责起草单位,公司前身赣研所正式成立于 1952 年,是新中国冶金系统最早成立的三个科研院所之一,现隶属于整合后的江西钨业控股集团有限公司,并承担江西钨业控股集团有限公司技术中心和博士后科研工作站运行和管理的工作职责。赣研所是一家集采矿、选矿、冶金、材料、环保、设备制造、自动化等多个专业,以有色金属、黑色金属和非金属为综合性研究主体,重点研发和推广钨、稀土、钽铌等有色金属资源采、选、冶、二次资源综合利用、节能环保、自动化新工艺、新技术和新设备以及非煤矿山工程设计、节能评估、安全检测、职业卫生以及有色金属产品分析检测、咨询等服务的综合性科研院所。赣州有色冶金研究所在标准修订过程中,负责提出标准修订的试验方案、试验报告,负责统一样品的制备与发放,汇总精密度数据,并进行数据处理,随后与其他标准参加单位共同形成标准征求意见稿,进行广泛的意见征集,并负责在标准预审会、审定会上进行项目介绍与答辩,最终形成报批稿,协助稀土标准化技术委员会秘书处完成标准的报批工作。

中国有色桂林矿产地质研究院有限公司为第一验证单位,

紫金矿业集团股份有限公司为第一验证单位,

九江有色金属冶炼有限公司为第二验证单位

广东广晟稀有金属光电新材料有限公司为第二验证单位

稀美资源有限公司为第二验证单位

浙江创欣新材料有限公司为第二验证单位

大冶有色设计研究院有限公司为第二验证单位

紫金铜业有限公司为第二验证单位。

2.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
-----	------

（三）主要工作过程

1.起草阶段

2023年4月，工信部下达了修订《钽铁、铌铁精矿化学分析方法第2部分：二氧化钛含量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准任务（工信厅科函[2023]18号），计划号2023-0419T-YS。

2023年6月底，全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委组织召开了《钽铁、铌铁精矿化学分析方法第2部分：二氧化钛含量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》等24项国家行业标准审定、讨论和任务落实会，确定由中国有色桂林矿产地质研究院有限公司，紫金矿业集团股份有限公司，九江有色金属冶炼有限公司，广东广晟稀有金属光电新材料有限公司，稀美资源有限公司，浙江创欣新材料有限公司，大冶有色设计研究院有限公司，紫金铜业有限公司一共8家单位参与起草验证。

2023年7月，赣州有色冶金研究所有限公司组建《钽铁、铌铁精矿化学分析方法第2部分：二氧化钛含量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准编制小组，确定编制组成员，落实试验任务分工，确定标准编审原则。

2024年1月，标准编制组完成样品的初步收集和方法的初步试验工作，形成方法讨论稿。

二、标准编制原则

本标准起草过程中遵循以下原则：

（一）规范性原则：本标准是根据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》的要求进行编写的；

（二）先进性：本标准操作简单，检测速度快，技术水平不低于当前国内先进水平。

（三）适用性：本标准以满足我国钽铁、铌铁精矿产品的实际检测需求为原则，经济合理，宜于应用。反映了国内各企业的技术水平，适用性广，能够满足企业需求。

（四）充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

三、标准主要内容、确定依据及主要试验和验证情况分析

（一）标准的主要内容、确定的依据

本次标准修订过程中主要对以下几个方面进行了确认：

1. 测定方法及测定元素

现行行标《钽铁、铌铁精矿化学分析方法第2部分：二氧化钛含量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法》中采用双安替吡啉甲烷分光光度法测定二氧化钛量，方法经典但显色时间长，流程较为繁琐。目前电感耦合等离子体原子发射光谱法普及率高，是检测领域的主流检测方法，方法具有适用性广，准确度高，检测范围宽等特点。因此本次标准修订增加电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钽铁、铌铁精矿中二氧化钛，使方法具有更广泛的应用范围，更好的为钽铁、铌铁精矿产品检测服务。

2. 测定范围

在制定本方法时，根据产品标准和结合生产厂家及使用厂家的含量要求并在此基础上结合日常检测样品的实际情况，确定了测定范围为：双安替吡啉甲烷分光光度法 0.050%~2.00%，电感耦合等离子体原子发射光谱法 2.00%~10.00%。

（二）主要试验和验证情况分析

本次标准修订保留原方法双安替吡啉甲烷分光光度法，同时增加电感耦合等离子体原子发射光谱法。

1. 双安替吡啉甲烷分光光度法（方法一）

1.1 方法原理

试料以焦硫酸钾熔融，草酸络合主成份钽、铌及钨、铁等，抗坏血酸还原铁，控制酸度后加入双安替吡啉甲烷与钛形成络合物，于分光光度计波长 420nm 处测量其吸光度，通过工作曲线计算二氧化钛含量。

1.2 条件试验

方法一为原方法，本次修订未做技术性调整，考虑分光光度法测定范围由原来的 0.05%~8.00% 调为 0.050%~2.00%，故试验主要考察方法的准确度试验和精密度试验。

1.2.1 方法准确度试验

试验通过加标回收试验判断方法的准确度

1.2.2 方法精密度试验

1.3 结论

双安替吡啉甲烷分光光度法

2. 电感耦合等离子体原子发射光谱法（方法二）

2.1 方法原理

试料以焦硫酸钾熔融，草硫混酸浸取后，标准系列采用近似基体匹配法，在稀酸介质中，以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。

2.2 条件试验

2.2.1 样品分解试验

分光光度法中采用焦硫酸钾熔融试样，本次试验考察了焦硫酸钾熔融和反应釜氢氟酸硝酸溶解两种方式，同时与分光光度法结果比对，结果见表 2。

表 2 样品分解比对试验

	焦硫酸钾熔融 ICP 测定	反应釜氢氟酸硝酸溶解 ICP 测定	双安替吡啉分光光度法
样品 1	0.45	0.45	0.50
样品 2	2.01	2.08	2.07

结果表明，焦硫酸钾熔融与反应釜氢氟酸硝酸溶解两种方式均能分解钽铁、铌铁精矿中的钛，且两种分解方式 ICP 测定的结果与双安替吡啉分光光度法结果一致。考虑反应釜氢氟酸硝酸溶解方式在用 ICP 测定时需具备耐氢氟酸进样系统，而焦硫酸钾熔融则不用，且方法一—双安替吡啉分光光度法采用焦硫酸钾熔融，本次新增方法二用焦硫酸钾熔融使整个标准具有连贯性，操作性更强，适用性更广，故选择焦硫酸钾熔融方式分解样品。

2.2.2 分析谱线的选择

通过查阅资料及谱线表，选择谱线 323.452 nm、334.941 nm、337.280 nm、338.376 nm，配置一套纯钛标准系列：0 μg/mL，1 μg/mL，5 μg/mL，10 μg/mL，用此标准系列对预选择的谱线进行轮廓扫描。用共存元素溶液（含 Ca、Al、Bi、Cu、Co、Sb、Zn、Pb、Ni、Th、Sn 各 5 μg/mL，Fe:40 μg/mL，Mn:10 μg/mL，Si:40 μg/mL）、Ta、Nb（含 Ta、Nb 各 120 μg/mL）溶液对预选择的分析谱线进行轮廓扫描。实验选择 337.280 nm、334.941 nm 作为分析谱线。

2.2.3 钾量影响试验

2.2.4 酸度试验

2.2.5 未溶物中 Ti 的含量

2.2.6 方法检出限和测定下限

2.2.7 方法准确度试验

2.2.7.1 方法回收率试验

2.2.7.2 方法比对试验

2.2.8 方法精密度

2.3 结论

试样采用焦硫酸钾熔融分解，用草硫混酸浸出后，标准系列中匹配相应的焦硫酸钾及草硫混酸量，在谱线 nm 处同时测定。电感耦合等离子体发射光谱法操作简便，准确度高，精密度好，方法检测下限满足要求，适用于测定钽铁、铌铁精矿中 2.00%~10.00%的二氧化钛量。

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

本标准制定过程中，由起草单位对国际、国内标准进行了查阅和调研，修订的方法更能紧密联系实际检测工作，修订后的分析方法，提高了检测效率，有效拓宽了检测方法的上限，具有操作简单、测定结果精密度好、结果准确的优点，可进一步完善钽铁、铌铁精矿化学分析方法的标准体系，促进钽铌行业发展，更好的服务于生产企业及市场贸易，为钽铁、铌铁精矿产品市场更好的提供了技术支撑作用。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

经查，未发现相同类型的国际标准和国外先进标准。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准和强制性国家标准无冲突。本标准与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准性质的建议说明

本标准与方法标准，不是通用性的安全规范或标准，仅是在涉及到的内容上引用相关的安全规范或标准作为本标准的规定，不属安全性标准。根据标准化法和有关规定，建议本标准的性质

为推荐性国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准修订后适用于钽铁、铌铁精矿中二氧化钛量的测定，实施日期自发布之日起 6 个月。建议相关生产和检测单位积极组织本标准的培训和宣贯，可向企业、公司和科研院校推荐本标准。

十一、废止现行相关标准的建议

无。

十二、其他应予说明的事项

无。

赣州有色冶金研究所有限公司

二〇二四年一月

