

铍精矿、绿柱石化学分析方法

第7部分：水分量的测定 重量法

编

制

说

明

（ 送审稿 ）

五矿铍业股份有限公司

2024.07

一 工作简况

1.1 任务来源

根据工信部下达的行业标准制修订计划，工信厅科函〔2023〕18号的文件精神，由五矿铍业股份有限公司组织承担《铍精矿、绿柱石化学分析法 第7部分：水分量的测定 重量法》的修订。该项目计划编号：2023-0417T-YS，本标准应在2024年完成。

1.2 主要参加单位和工作成员及所做的工作

本文件起草单位如下：五矿铍业股份有限公司、新疆有色金属研究所、富蕴恒盛铍业有限责任公司。

本文件主要起草人：。

五矿铍业股份有限公司为标准的起草负责单位，在工作前期，对铍精矿、绿柱石的检测需求和现阶段国内外检测方法现状进行了充分的调研和梳理，并制定了系统的研究方案。在标准制定过程中，完成了试验样品的搜集、制备和分发，完成了分析方法研究；撰写了标准文件、研究报告和编制说明；完成了数据分析统计工作；广泛征求了国内同行实验室及相关企业的意见。

新疆有色金属研究所为第一验证单位，在标准制定过程中对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行了验证。同时，提供了试验样品的精密度数据，对标准文件、研究报告和编制说明提出了相应的修改建议。

富蕴恒盛铍业有限责任公司为二验单位，在标准制定过程中对试验样品进行了测试，提供了精密度数据，并对标准文件提出了修改意见。

1.3 主要工作过程

五矿铍业股份有限公司在接到标准制订任务后，成立了标准编制组，制订了标准项目推进计划，召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历以下阶段。

1.3.1 起草阶段

(1) 2023年1月，成立了《铍精矿、绿柱石化学分析法 第7部分：水分量的测定 重量法》标准编制组，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。

(2) 2023年4月，在江西宜春召开的全国有色金属标准化技术委员会工作会议进行了任务落实，五矿钹业股份有限公司为标准的起草主持单位；新疆有色金属研究所为第一验证单位；富蕴恒盛钹业有限责任公司为二验证单位。

(3) 2023年7月，编制组完成相关的分析方法试验，提交了有色金属行业标准《钹精矿、绿柱石化学分析法 第7部分：水分量的测定 重量法》的草案稿、试验报告等。交新疆有色金属研究所、富蕴恒盛钹业有限责任公司。进行意见征集，并连同验证样品一并寄往各验证单位。经过与各验证单位的讨论，形成了讨论稿。

(4) 2023年9月，陆续收到各验证单位的研究报告及反馈意见，对参与验证单位的意见和建议进行汇总处理，对讨论稿进行修改，完善试验报告，撰写编制说明。

1.3.2 征求意见阶段

(1) 编制组通过发函、中国有色金属标准质量信息网上公开、召开工作会议等方式对YS/T 254.7《钹精矿、绿柱石化学分析法 第7部分：水分量的测定 重量法（讨论稿）》征求意见。征求意见的单位包括主要生产、经销、使用、科研、第三方检验机构等单位及大专院校，征求意见单位广泛且具有代表性。

(2) 2024年1月，由全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委主持，会议召开标准讨论会。现在多家单位的四十多名专家代表参会，对本文件的征求意见稿、编制说明、试验报告进行了充分、细致的讨论，并提出修改意见。主要提出了以下的意见和建议：

- a) 按最新标准编写规定，重新对标准文本进行编写。
- b) 修改讨论稿中关于试样的条款，继续沿用上一版的条款。

1.3.3 审定阶段

2024年5月，在江苏无锡，由全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委主持，会议召开标准讨论会。现在多家单位的四十多名专家代表参会，对本文件的征求意见稿、编制说明、试验报告进行了充分、细致的讨论，并提出修改意见。主要提出了以下的意见和建议：

- a) 对标准文本的部分内容文字做了修改（见附件1）。
- b) 删除了一些多余的内容（见附件1）。

1.3.4 报批阶段

2024年7月，在山西大同，由全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委主持，会议召开标准审定会议。

二 标准的编制原则

2.1 符合性：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》的要求对本部分进行了编写。

2.2 合理性：反映当前国内各生产企业的技术水平，提高标准的适用性；与实际相结合为原则，提高标准的可操作性；充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

2.3 先进性：本方法操作方便规范，测定线性范围宽，准确度和精密度满足分析方法要求。

三 确定标准主要内容的论据

3.1 分析方法的确定

烘箱重量法是测定水分的经典方法，它不但应用很广而且是目前唯一的水分测定仲裁法。但是整个分析时间较长，现引入快速水分仪测定铍精矿、绿柱石中水分，该方法称样量少，分析速度快，操作简单，作为烘箱法的补充。

3.2 方法条件试验

3.2.1 称样量选择

分别称取不同重量的 2#铍精矿、绿柱石试样于仪器配套的铝托盘中，设定干燥温度 110℃，选择自动测量，测定样品中的水分含量。

表 1. 不同称样量的铍精矿、绿柱石样品水分结果

| 样品重量 | 水分 | 平均值 | 标准偏差 (s) | 相对标准偏差 RSD/% |
|------|---|------|----------|--------------|
| 5g | 0.51 0.45 0.46 0.58 0.43 0.50 0.49 0.65 0.42 0.61 0.39 | 0.50 | 0.08525 | 16.6059 |

| | | | | |
|-----|---|------|---------|--------|
| 10g | 0.47 0.56 0.47 0.55 0.48 0.47 0.52 0.53 0.49 0.47 0.49 | 0.50 | 0.03406 | 5.82 |
| 20g | 0.49 0.52 0.48 0.48 0.50 0.48 0.53 0.50 0.47 0.51 0.49 | 0.50 | 0.01864 | 3.7608 |
| 40g | 0.49 0.48 0.48 0.50 0.51 0.49 0.47 0.49 0.54 0.52 0.48 | 0.50 | 0.02067 | 4.17 |

试验表明：称样量小于 10 克时，结果波动大，称样量大于 10 克时，结果基本一致。在实验称样范围内，称样量越少，仪器烘干达到稳定的时间越短。但是称样量太少，样品缺少代表性，结果波动大。随着称样量增加，超过 10 克以上时，结果重现性趋于稳定，但是称样量增加，样品厚度增加，烘干曲线达到平衡的时间也随之增加，本文综合以上因数，参照烘箱法，选取称样量为 20g, 作为烘干样品的温度。

3.2.2 干燥温度选择

分别称取 20.00g 2#试样于仪器配套的铝托盘中，设定不同的干燥温度，选择自动测量，测定样品中的水分含量。

表 2. 不同温度的铍精矿、绿柱石样品水分结果

| 干燥温度 | 水分 | 平均值 | 标准偏差 (s) | 相对标准偏差 RSD/% |
|------|---|------|----------|--------------|
| 80℃ | 0.31 0.41 0.29 0.33 0.39 0.37 0.34 0.37 0.32 0.39 0.42 | 0.36 | 0.04285 | 11.9634 |
| 90℃ | 0.41 0.41 0.49 0.43 0.39 0.45 0.44 0.47 0.42 0.49 0.42 | 0.44 | 0.03341 | 6.1844 |
| 100℃ | 0.51 0.51 0.49 0.53 0.53 0.45 0.48 0.47 0.49 0.49 0.51 | 0.50 | 0.02461 | 4.9569 |
| 110℃ | 0.53 0.49 0.48 0.49 0.49 0.53 0.52 0.50 0.52 0.49 0.47 | 0.50 | 0.02072 | 3.4937 |
| 120℃ | 0.48 0.52 0.48 0.50 0.49 0.50 0.52 0.47 0.48 0.49 0.53 | 0.50 | 0.01963 | 3.2232 |

试验表明：设定不同的干燥温度，低于 100 度时，烘干时间在 40min 时，结果偏低，其他温度，结果基本一致。在实验温度范围内，温度越高，烘干达到稳定的时间越短。但是温度高，仪器冷却到室温的时间也随之增加，本文参照烘箱法，选取 110 度作为烘干样品的温度。

3.2.3 干燥时间的选择

分别称取 20.00g 2#试样于仪器配套的铝托盘中，设定干燥温度为 110 度，经过不同的干燥时间后，测定样品中的水分含量。

表 3 干燥不同时间后的铍精矿、绿柱石样品水分结果

| 干燥温度 | 水分 | 平均值 | 标准偏差 (s) | 相对标准偏差 RSD/% |
|-------|---|------|-------------|-----------------|
| 5min | 0.39 0.41 0.44 0.45 0.49 0.41 0.48 0.42 0.41 0.43 0.45 | 0.43 | 0.03110 | 7.1579 |
| 10min | 0.49 0.53 0.48 0.55 0.49 0.52 0.48 0.51 0.49 0.47 0.49 | 0.50 | 0.02450 | 4.8990 |
| 20min | 0.51 0.48 0.52 0.49 0.47 0.54 0.48 0.49 0.54 0.49 0.52 | 0.50 | 0.02453 | 4.88 |
| 30min | 0.50 0.51 0.49 0.50 0.47 0.51 0.48 0.49 0.52 0.49 0.49 | 0.50 | 0.01440 | 2.9055 |

试验表明：干燥时间少于 10min, 结果偏低, 干燥 10min 以后, 样品结果趋于恒定, 本文选取干燥时间为 20min.

3.3 精密度试验

为了考察本方法的重复性和再现性, 在国内选择 2 家相关实验室, 按照起草单位制定的实验室方案进行了协同实验, 并对 3 个统一试样分别独立测定 11 次, 测定结果见表 4~6。

3.3.1 起草单位（五矿钨业股份有限公司）的精密度试验

表 4. 铍精矿、绿柱石水分测定结果

| 试样号 | 水平 1 | 水平 2 | 水平 3 |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|
| 水分/% | 0.23 0.23 0.24 | 0.51 0.48 0.52 | 1.17 1.15 1.19 |
| | 0.22 0.21 0.24 | 0.49 0.47 0.54 | 1.13 1.18 1.17 |
| | 0.23 0.22 0.24 | 0.48 0.49 0.54 | 1.23 1.19 1.21 |
| | 0.23 0.25 | 0.49 0.52 | 1.22 1.16 |
| 平均值/% | 0.23 | 0.50 | 1.18 |
| 标准偏差(s) | 0.01136 | 0.02453 | 0.03027 |
| 相对标准偏差 RSD/% | 4.9207 | 4.88 | 2.5615 |

3.5.2 一验单位（新疆有色金属研究所）的精密度试验

表 5. 铍精矿、绿柱石水分测定结果

| 试样号 | 水平 1 | 水平 2 | 水平 3 |
|---------|----------------|----------------|----------------|
| 水分/% | 0.24 0.22 0.20 | 0.49 0.51 0.47 | 1.21 1.23 1.25 |
| | 0.24 0.24 0.21 | 0.51 0.52 0.49 | 1.24 1.20 1.23 |
| | 0.20 0.21 0.24 | 0.53 0.49 0.52 | 1.19 1.18 1.21 |
| | 0.19 0.23 | 0.51 0.54 | 1.20 1.19 |
| 平均值/% | 0.22 | 0.51 | 1.21 |
| 标准偏差(s) | 0.01897 | 0.02054 | 0.02272 |

| | | | |
|-----------------|--------|--------|--------|
| 相对标准偏差 RSD/% | 8.6245 | 4.0485 | 1.8752 |
|-----------------|--------|--------|--------|

3.5.3 二验单位（富蕴恒盛铍业有限责任公司）的精密度的试验

表 6. 铍精矿、绿柱石水分测定结果

| 试样号 | 水平 1 | 水平 2 | 水平 3 |
|-----------------|----------------|----------------|----------------|
| 水分/% | 0.22 0.22 0.23 | 0.51 0.53 0.54 | 1.19 1.25 1.24 |
| | 0.19 0.23 0.21 | 0.52 0.49 0.56 | 1.17 1.18 1.18 |
| | 0.20 0.21 0.19 | 0.50 0.53 0.49 | 1.17 1.21 1.19 |
| | 0.19 0.20 | 0.53 0.55 | 1.21 1.24 |
| 平均值/% | 0.21 | 0.52 | 1.20 |
| 标准偏差(s) | 0.01537 | 0.02328 | 0.02936 |
| 相对标准偏差 RSD/% | 7.3842 | 4.4532 | 2.4409 |

3.6 精密度

3.6.1 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，在表 7 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) 情况不超过 5%。重复性限 (r) 按表 6 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 7 重复性限

| | | | |
|--------|-------|-------|-------|
| $w/\%$ | 0.22 | 0.51 | 1.20 |
| $r/\%$ | 0.046 | 0.062 | 0.081 |

3.6.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 8 所列允许差。

表 8 允许差

| 水分质量分数/% | 允许差/% |
|--------------|-------|
| 0.10~1.00 | 0.08 |
| >1.00~10.00 | 0.20 |
| >10.00~20.00 | 0.50 |

四、标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

5.1 标准的必要性

铍精矿、绿柱石主要生产工业氧化铍、铍铜合金、高纯氧化铍、金属铍等。铍是制造核武器、核反应堆、卫星、导弹的关键部件的重要元素，我国已形成铍采选冶核加工的完整体系。YS/T 254.7 已经超过 10 年未修订，本次修订，增加了快速水分仪法测定铍精矿、绿柱石中的水分，作为经典烘箱重量法的补充。

5.2 标准的预期作用

本文件完善了铍精矿、绿柱石生产产业链，对提高铍精矿、绿柱石产品质量，扩大应用领域、开拓产品市场具有重要意义。本文件颁布执行后，将进一步完善铍精矿、绿柱石中水分的分析检验工作，更好地指导相关行业在铍精矿、绿柱石的分析检测和应用水平；为铍选矿、冶炼提供简便、快捷的分析检测依据，具有较大的社会效益。

六 采用国际标准和国外先进标准的情况

6.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经查，国外无相同类型的国际标准。

6.2 国际、国外同类型标准水平的对比分析

经调研，目前国内外无快速水份仪法测定铍精矿、绿柱石中水分的方法标准；本方法为首次制定，填补了国际、国内的方法标准的空白，达到了国际先进水平。

6.3 与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无。

七 与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

八 重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按照既定编制原则进行编写，本文件制订过程中未发生重大的分歧意见。

九 标准作为强制性或推荐性标准的建议

本标准建议作为推荐性行业标准，供相关组织参考采用。

十 贯彻标准的要求和措施建议

本文件规范了铍精矿、绿柱石中水分的测定，有利于整个行业分析水平的提升。生产企业和相关部门、单位应按照产品质量控制及分析检验的要求，认真

贯彻实施本文件内容。

十一、废止现行有关标准的建议

本文件为新制定文件，无废止其他标准的建议。

十二 其他应予以说明的事项

无。

《铍精矿、绿柱石化学分析方法》标准制订编制组

2024年7月

附件 1:

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称: 镍精矿、绿柱石化学分析方法 第 7 部分: 水分量的测定 重量法

承办人: 温亚勇

共 2 页 第 1 页

标准项目负责起草单位: 五矿矿业股份有限公司

电话: 0734-7582251

2024 年 5 月 31 日填写

| 序号 | 标准章 条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理 意见 | 备注 |
|----|------------|---|---------------------|----------|----|
| 1 | 1 | 将 2 处“部分”修改为“文件”。 | 金铂股份化学分公司 | 采纳 | |
| 2 | 2 | 删除“YS/T 262-2011 绿柱石精矿”。 | 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司 | 采纳 | |
| 3 | 6 | 将 2 处“试样”修改为“样品”,将“2.00”修改为“2.54”。 | 西安汉唐分析检测有限公司 | 采纳 | |
| 4 | 7.3 | 增加“7.3.1 水分含量仲裁方法采用烘箱法”。 | 赣州冶研所检测技术服务有限公司 | 采纳 | |
| 5 | 7.3.1 | 将“7.3.1”修改为“7.3.2”,删除“20g (精确到 0.001g)”,在直至恒重后加上“(前后两次称量之差小于分析样初始质量的 0.05%),以最后一次称量重量为准”。 | 北矿检测技术股份有限公司 | 采纳 | |
| 6 | 7.3.2 | 将“7.3.2”修改为“7.3.3”,删除“20g (精确到 0.001g)”。 | 广东省科学院工业分析检测中心 | 采纳 | |
| 7 | 8.1 | 将“ m_0 ”修改为“ m ”,删除“数值仪%表示”。将公式“ $w_{H_2O} = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$ ”修改为“ $w = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\%$ ” | 有研资源环境技术研究院(北京)有限公司 | 采纳 | |
| 8 | 9.2 | 删除“再现性”内容,沿用“允许差”内容,并修改相应的表述要求以及数据计算内容。 | 西北有色金属研究院 | 采纳 | |

标准征求意见稿意见汇总处理表

标准项目名称：铍精矿、绿柱石化学分析方法 第7部分：水分量的测定 重量法

承办人：温亚勇

共 2 页 第 2 页

标准项目负责起草单位：五矿铍业股份有限公司

电话：0734-7582251

2024年5月31日填写

| 序号 | 标准章 条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理 意见 | 备注 |
|----|------------|------------|---------------------------|----------|----|
| 9 | 11 | 删除 11 条款内容 | 中国有色桂林矿产 地质研究院有限公 司 | 采纳 | |
| 11 | | 没有意见 | 西安中钛华测检测 技术有限公司 | | |
| 12 | | 没有意见 | 金堆城钼业股份有 限公司 | | |
| 13 | | 没有意见 | 江苏美特林科特殊 合金股份有限公司 | | |
| 15 | | 没有意见 | 稀美资源（广东） 有限公司 | | |
| 17 | | 没有意见 | 广东广晟稀有金属 光电新材料有限公 司 | | |
| 18 | | 没有意见 | 大冶有色设计研究 院有限公司 | | |
| 19 | | 没有意见 | 浙江华友钴业股份 有限公司 | | |

说明（1）发送《征求意见稿》的单位数：19 个；

（2）收到《征求意见稿》后，回函的单位数：19 个；

（3）收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的单位数：9 个；

（4）没有回函的单位数：0 个。