

钛铁矿精矿分析方法
第 3 部分：多元素含量的测定
X 射线荧光光谱法
YS/T360.3-XXXX

编

制

说

明

（预审稿）

新疆湘润新材料科技有限公司

2025 年 3 月

钛铁矿精矿分析方法

第3部分：多元素含量的测定

X射线荧光光谱法

编制说明

一、工作简况

(一) 任务来源

根据2024年3月15日《工业和信息化部办公厅关于印发2024年第一批行业标准制修订计划的通知》（工信厅科【2024】18号）的要求，行业标准《钛铁矿精矿分析方法 第3部分：多元素含量的测定 X射线荧光光谱法》修订项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划编号：2024-0397T-YS，项目周期为18个月，完成年限为2025年8月。技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。行业标准项目《钛铁矿精矿分析方法 第3部分：多元素含量的测定 X射线荧光光谱法》计划主要修订单位由：新疆湘润新材料科技有限公司、攀钢集团研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司、深圳华普通用科技有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司和山东中金岭南铜业有限责任公司负责修订。

(二) 项目背景

目前我国采用现行标准YS/T 360，一天只能检测6至7样品，需要大量的人员和消耗物资，检测范围有限。X射线荧光光谱仪具有重现性好，测量速度快，自动化程度高，一次检测30至50个样品，灵敏度高。能分析B(5)~Th(90)之间所有元素。样品可以是固体、液体、粉末、熔融片，利用低能X光激发待测元素，测试时间短，大大提高了检测效率和工作效率，采用相似自动分类技术使分类更准确，有效地克服基效应对测量带来的影响；采用多参数的线性回归方法，使元素间的吸收、增强效应得到明显的消除。在测定中不会引起化学状态的改变，也不会出现试样飞散现象。同一试样可反复多次测量，结果重现性好。测定元素含量：ppm~100%。目前社会上也有部分标准样品，可以用来建立校准工作曲线。X射线荧光光谱仪用于定量检测方法已经成熟。本部分修订了YS/T 360.3，利用X射线荧光光谱法测定钛铁矿精矿多元素含量，增加了测定元素（二氧化钛、全铁、氧化钙、氧化镁、一氧化锰、三氧化铬、五氧化二钒、三氧化二铝、二氧化硅、五氧化二磷、五氧化二铌、二氧化锆、氧化锡），扩大了元素的测定范围，节省了人力和物资，自动化程度高，一次检测30至50个样品，大大提高了检测速度，减少化学试剂和水的用量，节约了化学试剂和水，从而减少污染物的排放，保护了环境。也是对YS/T 360的系列方法的补充，因此需要进行修订。

(三) 主要参加单位和工作组成员及其所做的工作

1. 主要参加单位情况

本文件修订单位：新疆湘润新材料科技有限公司、攀钢集团研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、深圳华普通用科技有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司。

其中，新疆湘润新材料科技有限公司主要负责试验方案制定，试验样品收集和分发，分析方法研究，试验结果处理，标准文本、实验报告和编制说明撰写等工作，并负责在标准讨论会、预审会、审定会上进行项目介绍与答辩，最终形成报批稿，协助有色标准化技术委员会秘书处完成标准的报批工作；攀钢集团研究院有限公司、昆明冶金研究院有限公司为一验单位，主要责任对试验方案的条件实验等进行验证，提供精密度和准确度测试数据，以及对方法提出意见；国标（北京）检验认证有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、深圳华普通用科技有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司为二验单位，主要负责提供精密度实验数据，并对标准文本提出修改意见和建议。

新疆湘润新材料科技有限公司成立于2016年7月8日，注册资金3.26亿元，2020年12月认定为国家高新技术企业，是全国唯一一家拥有全钛产业链的大型民营企业，主要产品包括海绵钛、钛及钛合金铸锭、带材、板材、锻材、棒材、复合材等，是国内首家“钛矿-海绵钛-钛加工材-钛制品”的钛全产业链公司。公司将建成年产5万吨钛材加工基地，目前一期已实现3.6万吨海绵钛，2万吨钛加工材，2万吨钛复合带材的生产能力。

新疆湘润新材料科技有限公司取得自治区高新技术企业授权、自治区工信厅企业技术中心授牌、自治区科技厅建设自治区工程技术研究中心（新疆钛基新材料工程技术中心）、自治区发改委筹建自治区工程研究中心（新疆维吾尔自治区钛基新材料工程研究中心）、自治区科技厅关于组建自治区重点实验室（新疆钛基新材料重点实验室（XJQY2009））、自治区工信厅钛基创新产业研究院。具有坚实的研发平台与雄厚的科研实力。

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 本标准主要起草人及工作职责

序号	单位	起草人	工作职责
1	新疆湘润新材料科技有限公司	杨再江、 杜桃花	负责试验方案的制定和实施、样品收集和分发，方法验证的开展、试验进度的组织协调以及标准条款和编制说明的撰写工作。
2	攀钢集团研究院有限公司	於利慧	方法验证、对标准文本和编制说明提出修改意见和建议。

3	昆明冶金研究院有限公司	王劲榕	方法验证、对标准文本和编制说明提出修改意见和建议。
4	圳华普通用科技有限公司	蔡军	提供精密度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议
5	国标（北京）检验认证有限公司	李甜	提供精密度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议
6	宁夏东方钽业股份有限公司	许宁辉	提供精密度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议
7	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	左鸿毅	提供精密度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议
8	山东中金岭南铜业有限责任公司王华英	王华英	提供精密度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议

（四）主要工作过程

1.预研阶段

2023年1月，新疆湘润新材料科技有限公司调研了钛铁矿精矿的检测需求，在大量的生产实践和实验基础上，提出了采用熔片X射线荧光光谱法来测定钛铁矿精矿中二氧化钛、全铁、氧化钙、氧化镁、一氧化锰、五氧化二磷、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，为钛铁矿精矿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，钛铁矿精矿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《钛铁矿精矿分析方法 第3部分：多元素含量的测定 X射线荧光光谱法》标准草案等材料。

2.立项阶段

2023年7月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提交了《钛铁矿精矿分析方法 第3部分：多元素含量的测定 X射线荧光光谱法》标准修订项目建议书、标准草案和立项报告等材料，经全体委员会议论证同意立项。

2024年3月15日，中国有色金属工业协会发布了《工业和信息化部办公厅关于印发2024年第一批行业标准制修订计划的通知》（工信厅科【2024】18号），正式下达该标准的修订任务，行业标准名称为《钛铁矿精矿分析方法 第3部分：多元素含量的测定 X射线荧光光谱法》，计划编号为2024-0397T-YS，项目周期为18个月，完成年限为2025年8月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

3.起草阶段

2024年07月在山西大同召开《镁及镁合金化学分析方法 第1部分：铝含量的测定》等97项。稀有金属分标委组织会议对《钛铁矿精矿分析方法 第3部分：多元素含量的测定 X射线荧光光谱法》进行了任务落实。会议确定了标准修订的起草单位和验证单位，明确了所采用的分析方法，落实了标准计划项目的进度安排。行业标准由新疆湘润新材料科技有限公司负责修订，一验证单位：攀钢集团研究

院有限公司、昆明冶金研究院有限公司；二验证单位：深圳华普通用科技有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司。

2024年8月，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。

2024年11月20日~23日，全国有色金属标准化技术委员会在海南省海口市召开有色金属标准工作会议，对行业标准《钛铁矿精矿分析方法 第3部分：多元素含量的测定 X射线荧光光谱法》进行讨论。12月编制组结合讨论会各专家的意见和建议，开展新增条件实验与标准文本编辑性改动等工作，主要是：(1)把《钛铁矿精矿分析方法 第3部分：多元素含量的测定 X射线荧光光谱法》校准曲线的制作过程放在了附录A中，推荐测定条件放在了附录B中：

2025年XX~XX月，编制小组查阅、整理和收集相关文献资料，对使用钛铁矿精矿的公司进行调研，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《钛铁矿精矿分析方法 第3部分：多元素含量的测定 X射线荧光光谱法》（标准讨论稿）及编制说明。起草单位2025年XX月将样品和标准文本邮寄给各验证单位进行验证。截止2024年XX月XX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《钛铁矿精矿分析方法 第3部分：多元素含量的测定 X射线荧光光谱法》的讨论稿。

4.征求意见阶段

5.审查阶段

6.报批阶段

二、标准编制原则

（一）符合性

本标准格式严格按照 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》等文件的要求编写，并按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测试方法重复性与再现性的基本方法》的要求进行试验数据的统计及重复性限和再现性限的计算。

（二）适用性和先进性

本文件中把样品制作成熔片，采用 X射线荧光光谱法对钛铁矿精矿中多元素含量进行测定，国内实验室普遍具备此设备能力；经过调研，充分考虑钛铁矿精矿产品当前和预期检测的需要，检测范围涵盖了当前钛铁矿精矿产品中需检测的对应范围。

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，有效地克服基体效应对测量带来的影响，缩短了分析时间，节约分析成本，减少化学试剂和水的用量，节约了化学试剂和水，从而减少污染物的排放，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及主要试验和验证情况分析

(一) 主要试验和验证情况分析

1 分析方法的确定

X射线荧光光谱仪具有重现性好，测量速度快，自动化程度高，一次检测 30 至 50 个样品，灵敏度高，可采用固体、液体、粉末、熔片进样，利用低能 X 光激发待测元素，测试时间短，大大提高了检测效率和工作效率，采用相似自动分类技术使分类更准确，有效地克服基体效应对测量带来的影响；采用多参数的线性回归方法，使元素间的吸收、增强效应得到明显的消除。在测定中不会引起化学状态的改变，也不会出现试样飞散现象，减少化学试剂和水的用量，节约了化学试剂和水，从而减少污染物的排放，同一试样可反复多次测量，结果重现性好。测定元素含量：ppm-100%，目前已经在分析检测领域广泛应用。因此本标准利用熔片 X 射线荧光光谱法测定钛铁矿精矿多元素含量。

2 元素测定范围确定

制定钛铁矿精矿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/ %
TiO ₂	10.00 ~ 65.00%	Fe	5.00 ~ 51.00%
CaO	0.010 ~ 10.00%	MgO	0.010 ~ 5.00%
MnO	0.010 ~ 5.00%	Al ₂ O ₃	0.10 ~ 13.00%
SiO ₂	0.10 ~ 26.00%	ZrO ₂	0.010 ~ 14.00%
P ₂ O ₅	0.010 ~ 1.50%	Cr ₂ O ₃	0.010 ~ 2.00%
V ₂ O ₅	0.010 ~ 2.00%	Nb ₂ O ₅	0.010 ~ 1.50%
SnO ₂	0.010 ~ 1.00%	/	/

3 熔铸玻璃片的制作

3.1 熔剂的选择

试验选用 Li₂B₄O₇和混合熔剂(Li₂B₄O₇67%+LiBO₂33%) 熔融样品，由于钛铁矿是难熔矿物，熔融物比较粘稠。采用 Li₂B₄O₇熔融钛铁矿，熔融物流动性较差，熔片易出现结晶斑或碎裂现象。偏硼酸锂 LiBO₂是偏碱性的熔剂，用它熔融钛铁矿效果也不太理想。用混合熔剂 (Li₂B₄O₇67%+LiBO₂33%)熔融钛铁矿，熔片形成均匀的单相玻璃体，表面光滑、易脱模，测定结果重现性好。因此采用混合熔剂(Li₂B₄O₇67%+

LiBO₂33%)制备熔融片,分别采用混合熔剂(Li₂B₄O₇67%+LiBO₂33%)与样品为 5:1、10:1、15:1、20:1 的熔融样品比例,在其他条件完全相同的情况下,熔融制备玻璃样片,试验显示 5:1 的熔样比例,熔融物粘稠,流动性较差,熔融物不易浇铸,制备的玻璃熔片有气泡。10:1、15:1、20:1 的熔样比例,熔融物的流动性均较好,熔融物易于浇铸,制备的玻璃熔片均匀透亮。但考虑到杂质元素测量的准确度,故采用 10:1 的熔样比例,见表 6。

表6 稀释比试验结果

稀释比	5:1	8:1	10:1	12:1	15:1
熔融效果	流动性较差,玻璃化程度差	流动性和玻璃化程度一般	流动性和玻璃化程度好	流动性和玻璃化程度好,低组分测量误差大	流动性和玻璃化程度好,低组分测量误差大

3.2 氧化剂的选择

氧化剂有助熔的作用,可调节熔剂的酸碱性,有利于降低熔剂的熔融分解温度,使熔剂能更地的溶解样品,添加氧化剂还能增加熔体的流动性,提高玻璃熔片的稳定性,提高元素荧光强度和元素检测强度,特别是对一些含还原性物质较高的试样,进行预氧化处理,能有效保护黄铂金坩埚,防止坩埚腐蚀。

LiNO₃和NH₄NO₃能减少引入的基体和元素干扰效应,本试验选择加入1ml LiNO₃(220 g/L)马弗炉中进行预氧化处理。

3.3 熔样温度、熔样时间的选择

使用Li₂B₄O₇和混合熔剂(Li₂B₄O₇67%+LiBO₂33%)分别在900、950、1000、1050、1100 熔融样品,熔融时间为15min,试验发现熔融时间为900、950 °C试样未完全熔融;1000°C以上制出的试样完全熔融,试料片透彻、玻璃化程度高。故选择熔融时间为1050°C,见表3。

将试料在1050°C分别熔融8、10、12、15、20min,试验发现熔融时间为8、10 min试样未完全熔融;12min以上制出的试样完全熔融,试料片透彻、玻璃化程度高。故选择熔融时间为15min,见表3、见表4。

表3熔样温度试验结果

熔样温度°C	900	950	1000	1050	1100
熔融效果	试样未完全熔融	试样基本完全熔融,	试样完全熔融,试料片透彻、玻璃化程度高	试样完全熔融,试料片透彻、玻璃化程度高	试样完全熔融,试料片透彻、玻璃化程度高

表4 熔样时间试验结果

熔样温度min	8	10	12	15	20
熔融效果	试样未完全熔融	试样基本完全熔融	试样完全熔融,试料片透彻、玻璃化程度高	试样完全熔融,试料片透彻、玻璃化程度高	试样完全熔融,试料片透彻、玻璃化程度高

3.4 脱模剂的用量

熔融物有粘附或浸润铂合金模具的倾向,常常使得熔片很难与模具剥离,有时导致碎裂,因此需要使用脱模剂。常用的脱模剂有LiBr和NH₄I,溴化锂对铁、铝等元素谱线具有较大的干扰,易形成气泡, NH₄I的熔融物比LiBr熔融物流动性好,便于消除气泡、易脱模、不易破裂。以NH₄I溶液作为脱模剂,在试料和熔

剂中分别加入1.0、1.5、2.0、2.5mL500 g/LNH₄I溶液进行脱模剂用量试验,结果显示1.0mL脱模剂用量过少,脱模困难;当用量达到2.0mL时,制样成功率达100%,当脱模剂用量超过2.5mL时熔融液体的浸润性较差,样品铺不开。故选择脱模剂用量为2.0mL。

3.5 谱线重叠和元素间基体效应校正

使用熔融法制样虽然消除了粒度、矿物效应和减少了基体效应及谱线重叠干扰影响,但由于校准样品中主量组分的含量变化很大,仍要进行谱线重叠干扰和基体效应校正,所用的数学公式为:

$$C_i = D_i - \sum L_m Z_m + E_i R_i + (1 + \sum_{j=1}^n a_{ij} Z_j) \quad (1)$$

式中: C_i 为未知样品中分析元素 i 的含量; D_i 为分析元素 i 的校准曲线的截距; L_m 为干扰元素 m 对分析元素 i 的谱线重叠干扰校正系数; Z_m 为干扰元素 m 的含量或计数率; E_i 为分析元素 i 校准曲线的斜率; R_i 为分析元素 i 的计数率; n 为共存元素的数目; a_{ij} 为共存元素 j 对分析元素 i 的影响因子;共存元素 j 的数目; Z_j 为共存元素 j 的含量; i 、 j 和 m 分别为分析元素、共存元素和干扰元素。

3.6 方法测定下限

检出限的计算公式为:

$$L_D = \frac{3}{m} \sqrt{\frac{I_b}{t_b}} \quad (2)$$

式中: m 为单位含量的计数率;

I_b 为背景计数率;

t_b 为背景的计数时间。

由于按理论公式计算出的各元素检出限与实际能报出的测定下限会有较大差别,为了克服上述缺点,选用选用钛精矿标准物质按测量条件重复测定 10 次,计算出标准样品含量低的元素所对应的标准偏差,将其乘以 10 即为本方法的定量限,分析方法的精密度(RSD, $n=10$),结果见表 9,用这种方法计算得到的方法定量限,考虑了样品制备、仪器波动和计数统计所带来的误差。

由表 X 可知,测定结果相对标准偏差均不大于 X%,精密度良好。

表 5 方法测定下限 / (ppm)

组分	定量限/(ppm)	平均值 \bar{X}	相对标准偏差 RSD%
TiO ₂	236.666	12.933	0.176
Fe	250.666	72.817	0.833
CaO	40.666	0.928	5.282
MgO	155.000	3.079	0.967
MnO	73.333	0.650	1.640
P ₂ O ₅	61.666	0.100	1.845
Al ₂ O ₃	156.333	6.921	2.840
SiO ₂	121.666	2.449	4.705
Cr ₂ O ₃	31.333	0.0804	1.788
SnO ₂	91.666	1.097	0.390
ZrO ₂	55.666	0.186	3.448
Nb ₂ O ₅	28.000	0.0523	2.558
V ₂ O ₅	100.333	0.290	30.100

(二) 精密度的确定依据

1. 起草单位精密度实验

分别对 5 个不同钛铁矿精矿多元素含量的钛铁矿精矿样品进行了 11 次独立实验，结果见表 6。

表 6 样品各元素含量

样 品 单 品	元素	质量分数 w/%											平 均 值 w/%	SD/ %	RSD /%
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11			
精 选 样 一	TiO ₂	9.500	9.340	9.340	9.270	9.330	9.370	9.390	9.340	9.480	9.260	9.470	9.372	0.081	0.87
	Fe	13.188	13.075	13.104	12.886	13.141	13.116	13.087	12.971	13.049	13.120	12.989	13.066	0.087	0.67
	Al ₂ O ₃	12.190	12.320	12.290	12.220	12.310	12.280	12.360	12.330	12.280	12.370	12.220	12.288	0.058	0.48
	CaO	8.490	8.470	8.480	8.440	8.480	8.470	8.490	8.520	8.460	8.520	8.420	8.476	0.030	0.35
	Cr ₂ O ₃	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	MgO	6.940	6.920	6.930	6.860	6.980	6.940	6.970	6.910	6.850	6.920	6.860	6.916	0.043	0.63
	MnO	0.202	0.200	0.205	0.197	0.196	0.197	0.200	0.204	0.207	0.203	0.205	0.201	0.0036	1.81
	Nb ₂ O ₅	0.0163	0.0169	0.0167	0.0183	0.0162	0.0160	0.0153	0.0165	0.0170	0.0160	0.0172	0.0166	0.0008	4.74
	P ₂ O ₅	0.573	0.582	0.573	0.568	0.571	0.578	0.574	0.586	0.580	0.571	0.583	0.576	0.0058	1.00
	SiO ₂	40.090	40.140	40.090	39.900	40.190	40.100	40.340	40.180	39.960	40.200	39.830	40.093	0.14	0.37
	SnO ₂	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	V ₂ O ₅	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0000	0.00
	ZrO ₂	0.0140	0.0150	0.0140	0.0130	0.0140	0.0140	0.0150	0.0140	0.0130	0.0140	0.0140	0.014	0.0006	4.52
钛 中 矿 一	TiO ₂	29.410	29.220	29.170	29.260	29.220	29.290	29.300	29.230	29.290	29.200	29.290	29.262	0.065	0.22
	Fe	35.112	34.977	34.589	34.650	34.565	34.795	34.564	34.790	34.635	34.681	34.953	34.755	0.19	0.54
	Al ₂ O ₃	1.220	1.220	1.220	1.220	1.210	1.210	1.220	1.220	1.210	1.220	1.230	1.218	0.0060	0.50
	CaO	4.220	4.200	4.210	4.190	4.200	4.230	4.230	4.210	4.200	4.230	4.210	4.212	0.014	0.33
	Cr ₂ O ₃	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	MgO	4.050	4.020	4.030	4.080	4.040	4.060	4.060	4.070	4.060	4.080	4.040	4.054	0.019	0.48
	MnO	0.793	0.792	0.777	0.778	0.777	0.784	0.777	0.781	0.780	0.780	0.789	0.783	0.0061	0.78
	Nb ₂ O ₅	0.0090	0.0080	0.0091	0.0093	0.0096	0.0086	0.0091	0.0086	0.0092	0.0091	0.0089	0.0090	0.0004	4.77
	P ₂ O ₅	1.559	1.556	1.558	1.556	1.550	1.582	1.555	1.550	1.561	1.563	1.554	1.558	0.0088	0.56
	SiO ₂	10.430	10.410	10.410	10.470	10.390	10.440	10.510	10.480	10.450	10.530	10.450	10.452	0.043	0.41
	SnO ₂	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	V ₂ O ₅	0.209	0.2109	0.2145	0.2058	0.205	0.212	0.2074	0.2092	0.2043	0.2091	0.2097	0.210	0.0031	1.47
	ZrO ₂	0.0360	0.0360	0.0327	0.0330	0.0330	0.0349	0.0320	0.0338	0.0344	0.0340	0.0320	0.0338	0.0014	4.21
TJK-36	TiO ₂	38.770	39.107	38.911	38.545	38.744	38.669	38.578	38.639	39.029	38.532	38.574	38.736	0.200	0.52
	Fe	38.461	38.904	38.797	38.493	38.996	38.736	38.761	38.889	39.085	38.818	38.925	38.806	0.19	0.49
	Al ₂ O ₃	0.923	0.924	0.93	0.937	0.936	0.937	0.921	0.94	0.94	0.932	0.935	0.932	0.007	0.74
	CaO	1.301	1.310	1.302	1.293	1.309	1.291	1.288	1.313	1.315	1.304	1.302	1.303	0.009	0.69
	Cr ₂ O ₃	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	MgO	1.680	1.670	1.670	1.660	1.660	1.660	1.660	1.650	1.670	1.680	1.670	1.666	0.0092	0.55

	MnO	0.964	0.969	0.958	0.957	0.97	0.963	0.958	0.976	0.965	0.963	0.959	0.964	0.0039	0.62	
	Nb ₂ O ₅	0.0107	0.0109	0.0111	0.0116	0.0107	0.0117	0.0108	0.0106	0.0104	0.0107	0.0113	0.0110	0.0004	3.84	
	P ₂ O ₅	0.334	0.334	0.334	0.335	0.337	0.337	0.333	0.339	0.339	0.339	0.335	0.335	0.336	0.002	0.56
	SiO ₂	3.760	3.750	3.770	3.720	3.750	3.750	3.780	3.730	3.740	3.750	3.760	3.751	0.01	0.45	
	SnO	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	V ₂ O ₅	0.246	0.245	0.242	0.249	0.248	0.244	0.240	0.249	0.249	0.243	0.245	0.245	0.245	0.003	1.25
	ZrO ₂	0.0320	0.0310	0.0320	0.0310	0.0330	0.0330	0.0330	0.0330	0.0310	0.0320	0.0310	0.032	0.0009	2.80	
TJK-42	TiO ₂	43.546	43.556	42.777	43.589	43.414	42.749	43.429	43.626	43.337	43.416	43.56	43.364	0.310	0.71	
	Fe	36.690	36.353	36.293	36.605	36.449	36.627	36.434	36.403	36.340	36.303	36.440	36.449	0.13	0.37	
	Al ₂ O ₃	0.733	0.747	0.731	0.729	0.719	0.715	0.723	0.74	0.749	0.727	0.741	0.733	0.011	1.47	
	CaO	1.050	1.050	1.050	1.050	1.050	1.050	1.040	1.050	1.050	1.050	1.050	1.049	0.0030	0.29	
	Cr ₂ O ₃	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.005	0.00	
	MgO	1.410	1.420	1.420	1.430	1.420	1.430	1.420	1.420	1.430	1.420	1.430	1.430	1.423	0.0065	0.45
	MnO	1.131	1.115	1.110	1.123	1.118	1.123	1.110	1.120	1.112	1.111	1.113	1.117	0.0068	0.61	
	Nb ₂ O ₅	0.0096	0.0108	0.0107	0.0096	0.0097	0.0096	0.0100	0.0096	0.0103	0.0099	0.0102	0.010	0.0004	4.47	
	P ₂ O ₅	0.267	0.267	0.267	0.270	0.266	0.267	0.266	0.267	0.268	0.273	0.266	0.268	0.002	0.79	
	SiO ₂	2.920	2.900	2.920	2.920	2.910	2.930	2.920	2.910	2.910	2.930	2.940	2.919	0.0114	0.39	
	SnO	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00	
	V ₂ O ₅	0.231	0.232	0.232	0.228	0.232	0.228	0.230	0.226	0.227	0.230	0.228	0.229	0.002	0.96 ₃	
	ZrO ₂	0.0270	0.0280	0.0270	0.0270	0.0270	0.0290	0.0270	0.0280	0.0260	0.0280	0.0280	0.027	0.0008	2.99	
TJK-46	TiO ₂	47.041	45.285	46.871	46.95	46.679	46.858	46.95	47.058	46.819	46.445	46.819	46.707	0.502	1.07	
	Fe	34.939	34.641	34.673	34.720	34.658	34.646	34.612	34.681	34.725	34.710	34.625	34.694	0.089	0.26	
	Al ₂ O ₃	0.386	0.347	0.365	0.36	0.357	0.358	0.358	0.368	0.361	0.355	0.357	0.361	0.010	2.73	
	CaO	0.771	0.742	0.773	0.771	0.770	0.769	0.768	0.768	0.772	0.762	0.767	0.767	0.009	1.13	
	Cr ₂ O ₃	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00	
	MgO	2.230	2.230	2.210	2.240	2.240	2.240	2.220	2.240	2.230	2.220	2.220	2.229	0.010	0.47	
	MnO	0.977	0.958	0.956	0.975	0.968	0.968	0.962	0.957	0.957	0.963	0.966	0.964	0.0073	0.75	
	Nb ₂ O ₅	0.0108	0.0116	0.0125	0.0121	0.0116	0.0118	0.0114	0.0119	0.0121	0.0116	0.0116	0.012	0.0004	3.76	
	P ₂ O ₅	0.316	0.316	0.310	0.312	0.313	0.316	0.311	0.315	0.311	0.311	0.309	0.313	0.0027	0.86	
	SiO ₂	2.510	2.490	2.430	2.460	2.460	2.480	2.440	2.470	2.450	2.460	2.470	2.465	0.022	0.91	
	SnO	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00	
	V ₂ O ₅	0.103	0.102	0.102	0.107	0.106	0.102	0.106	0.0986	0.0988	0.103	0.103	0.103	0.0027	2.67	
	ZrO ₂	0.0490	0.0490	0.0500	0.0500	0.0490	0.0500	0.0500	0.0490	0.0490	0.0490	0.0510	0.050	0.0007	1.39	

备注：Sn、Cr 数据正在确认中。

2. 各验证单位精密度试验

2家一验证单位按照既定的试验步骤开展精密度试验，即每家验证单位分别对每种样品在重复性条件下独立测定 7~11 次，结果见下表所示。

表 7 攀研究院有限公司的精密度试验结果

样 品 单 位	元素	质量分数 w/%											平均 值 w/%	SD/ %	RSD /%
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11			
精 选 样 一	TiO ₂	9.157	9.1341	9.27	9.1841	9.1628	9.2582	9.1757	9.1315	9.2718	9.1667	9.135	9.186	0.054	0.59
	Fe	12.760	12.838	13.053	12.754	12.822	13.064	12.747	12.835	13.088	12.754	12.838	12.868	0.13	1.03
	Al ₂ O ₃	12.185	12.170	12.206	12.193	12.204	12.154	12.202	12.183	12.192	12.202	12.180	12.188	1.05	7.96
	CaO	8.463	8.490	8.489	8.470	8.494	8.480	8.477	8.492	8.483	8.469	8.494	8.48	0.0108	0.12
	Cr ₂ O ₃	0.0136	0.0137	0.0143	0.0130	0.0146	0.0136	0.0140	0.0143	0.0150	0.0139	0.0141	0.014	0.00054	3.88
	MgO	6.860	6.884	6.900	6.848	6.898	6.864	6.856	6.887	6.865	6.841	6.896	6.872	0.021	0.30
	MnO	0.259	0.263	0.267	0.261	0.262	0.268	0.260	0.262	0.268	0.260	0.262	0.263	0.0032	1.23
	Nb ₂ O ₅	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	P ₂ O ₅	0.559	0.554	0.562	0.548	0.546	0.550	0.547	0.545	0.551	0.547	0.545	0.55	0.0058	1.05
	SiO ₂	39.249	39.300	39.242	39.272	39.320	39.284	39.272	39.321	39.279	39.323	39.265	39.28	0.028	0.072
	SnO ₂	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	V ₂ O ₅	0.0100	0.0100	0.0119	0.0119	0.0100	0.0100	0.0127	0.0100	0.0100	0.0126	0.0100	0.0110	0.001	10.98
	ZrO ₂	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	软 中 一	TiO ₂	29.911	29.747	29.803	29.877	29.743	29.723	29.918	29.833	29.751	29.937	29.698	29.812	0.086
Fe		35.450	35.046	34.909	35.498	35.130	34.884	35.502	35.197	34.902	35.514	35.117	35.195	0.25	0.72
Al ₂ O ₃		1.272	1.260	1.275	1.281	1.262	1.288	1.261	1.263	1.275	1.271	1.262	1.270	0.0094	0.74
CaO		4.498	4.405	4.445	4.491	4.416	4.432	4.499	4.430	4.440	4.503	4.418	4.452	0.037	0.84
Cr ₂ O ₃		0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0	0
MgO		4.125	4.073	4.115	4.108	4.087	4.110	4.126	4.077	4.108	4.115	4.074	4.102	0.020	0.49
MnO		0.762	0.753	0.750	0.765	0.754	0.749	0.765	0.755	0.752	0.765	0.757	0.757	0.0059	0.78
Nb ₂ O ₅		0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0	0
P ₂ O ₅		1.667	1.646	1.646	1.661	1.652	1.633	1.661	1.638	1.626	1.655	1.636	1.65	0.013	0.80
SiO ₂		10.627	10.492	10.638	10.613	10.490	10.643	10.625	10.497	10.639	10.614	10.499	10.560	0.068	0.64
SnO ₂		0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
V ₂ O ₅		0.243	0.244	0.240	0.248	0.237	0.234	0.246	0.243	0.234	0.240	0.241	0.241	0.0044	1.83
ZrO ₂		0.0350	0.0336	0.0333	0.0353	0.0340	0.0339	0.0359	0.0338	0.0340	0.0345	0.0333	0.0342	0.00084	2.46
TJK-3 6		TiO ₂	39.229	38.895	39.081	39.188	38.997	39.178	39.223	38.894	38.997	39.176	39.127	39.089	0.12
	Fe	39.551	39.054	39.295	39.496	38.975	39.272	39.516	39.026	39.224	39.476	39.264	39.286	0.206	0.52
	Al ₂ O ₃	0.953	0.958	0.960	0.952	0.942	0.954	0.954	0.950	0.956	0.957	0.959	0.954	0.005	0.52
	CaO	1.381	1.395	1.396	1.383	1.393	1.397	1.378	1.397	1.387	1.379	1.391	1.389	0.007 4	0.53
	Cr ₂ O ₃	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	MgO	1.700	1.704	1.698	1.689	1.704	1.700	1.697	1.703	1.700	1.702	1.702	1.700	0.0044	0.24
	MnO	0.925	0.911	0.922	0.925	0.912	0.918	0.925	0.912	0.918	0.922	0.919	0.919	0.0052	0.57
	Nb ₂ O ₅	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	P ₂ O ₅	0.324	0.322	0.325	0.311	0.319	0.309	0.312	0.315	0.312	0.306	0.312	0.315	0.0062	1.97
	SiO ₂	3.815	3.790	3.804	3.795	3.787	3.786	3.795	3.791	3.796	3.791	3.803	3.796	0.0086	0.22
	SnO ₂	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	V ₂ O ₅	0.272	0.264	0.266	0.270	0.257	0.270	0.268	0.263	0.264	0.270	0.260	0.266	0.0048	1.80

	ZrO ₂	0.0338	0.0359	0.0374	0.0345	0.0350	0.0352	0.0343	0.0349	0.0363	0.0348	0.0362	0.0353	0.0010	2.97
TJK-42	TiO ₂	43.584	43.556	43.626	43.764	43.684	43.701	43.660	43.845	43.744	43.696	43.701	43.687	0.082	0.19
	Fe	37.228	37.074	37.210	37.306	37.125	37.209	37.287	37.214	37.271	37.220	37.268	37.219	0.069	0.18
	Al ₂ O ₃	0.747	0.744	0.747	0.749	0.739	0.753	0.744	0.740	0.751	0.743	0.755	0.746	0.0051	0.68
	CaO	1.165	1.149	1.155	1.167	1.154	1.153	1.166	1.153	1.157	1.167	1.155	1.158	0.0069	0.59
	Cr ₂ O ₃	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0000	0.00
	MgO	1.450	1.449	1.443	1.449	1.465	1.454	1.457	1.469	1.454	1.453	1.458	1.454	0.0075	0.52
	MnO	1.044	1.040	1.046	1.047	1.040	1.050	1.047	1.044	1.049	1.047	1.047	1.045	0.0034	0.32
	Nb ₂ O ₅	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0000	0.00
	P ₂ O ₅	0.257	0.256	0.251	0.247	0.243	0.245	0.244	0.245	0.243	0.249	0.244	0.248	0.0052	2.11
	SiO ₂	2.954	2.932	2.935	2.956	2.945	2.936	2.933	2.942	2.949	2.945	2.937	2.94	0.0084	0.29
	SnO ₂	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0000	0.00
	V ₂ O ₅	0.235	0.226	0.246	0.235	0.232	0.239	0.237	0.232	0.236	0.235	0.236	0.235	0.0049	2.08
	ZrO ₂	0.0299	0.0306	0.0329	0.0319	0.0320	0.0315	0.0312	0.0319	0.0308	0.0315	0.0317	0.031	0.00080	2.56
TJK-46	TiO ₂	47.254	47.005	47.153	47.265	47.086	47.080	47.187	47.034	47.173	47.137	47.193	47.14	0.084	0.18
	Fe	35.564	35.178	35.561	35.586	35.205	35.519	35.563	35.169	35.549	35.538	35.571	35.45	0.17	0.49
	Al ₂ O ₃	0.402	0.401	0.394	0.400	0.406	0.397	0.404	0.402	0.396	0.407	0.397	0.400	0.0042	1.05
	CaO	0.831	0.823	0.820	0.832	0.818	0.818	0.828	0.820	0.822	0.825	0.816	0.823	0.0053	0.64
	Cr ₂ O ₃	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0000	0.00
	MgO	2.257	2.266	2.269	2.253	2.265	2.268	2.266	2.267	2.267	2.258	2.263	2.263	0.0052	0.23
	MnO	0.920	0.907	0.916	0.921	0.905	0.915	0.917	0.903	0.916	0.918	0.914	0.914	0.006	0.66
	Nb ₂ O ₅	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.005	0.000	0.00
	P ₂ O ₅	0.303	0.299	0.297	0.295	0.287	0.287	0.293	0.286	0.286	0.292	0.286	0.29	0.0059	2.03
	SiO ₂	2.500	2.518	2.490	2.508	2.500	2.489	2.503	2.503	2.488	2.499	2.491	2.499	0.009	0.36
	SnO ₂	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100
	V ₂ O ₅	0.0897	0.0924	0.0984	0.0944	0.0914	0.0951	0.0947	0.0891	0.0930	0.0968	0.0930	0.093	0.0028	3.03
	ZrO ₂	0.0532	0.0509	0.0516	0.0529	0.0505	0.0517	0.0528	0.0505	0.0521	0.053	0.0522	0.052	0.001	1.91

表 8 昆明冶金研究有限公司的精密度试验结果

精 选 品 名	元 素	质 量 分 数 w/%											平 均 值 w/%	SD /%	RSD /%
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11			
精 选 一	TiO ₂	9.705	9.657	9.589	9.872	9.673	9.728	9.567	9.883	9.564	9.653	9.728	9.693	0.11	1.12
	Fe	13.219	13.192	13.310	13.359	13.446	13.305	13.197	13.232	13.259	13.194	13.277	13.272	0.079	0.60
	Al ₂ O ₃	12.530	12.586	12.656	12.728	12.489	12.42	12.524	12.554	12.586	12.235	12.573	12.535	0.13	1.02
	CaO	8.032	8.157	8.203	8.134	8.254	8.169	8.047	7.952	8.037	8.166	8.204	8.123	0.093	1.14
	Cr ₂ O ₃	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0000	0.00
	MgO	7.012	7.052	7.049	7.157	7.232	6.973	6.998	6.825	7.125	7.204	7.152	7.071	0.12	1.67
	MnO	0.232	0.257	0.235	0.248	0.269	0.275	0.282	0.235	0.242	0.256	0.238	0.252	0.017	6.94
	Nb ₂ O ₅	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0000	0.00
	P ₂ O ₅	0.563	0.602	0.574	0.569	0.613	0.549	0.587	0.592	0.574	0.569	0.572	0.579	0.018	3.17

	V ₂ O ₅	0.239	0.242	0.242	0.243	0.238	0.242	0.235	0.236	0.246	0.242	0.24	0.240	0.003	1.35
	ZrO ₂	0.0290	0.0280	0.0290	0.0290	0.0290	0.0290	0.0290	0.0290	0.0290	0.0280	0.0280	0.0290	0.000	1.63
TJK-46	TiO ₂	47.487	47.7	47.566	47.377	47.661	47.429	47.565	47.401	47.528	47.802	47.401	47.838	0.14	0.29
	Fe	33.604	33.671	33.636	33.583	33.671	33.761	33.652	33.694	33.701	33.676	33.759	33.674	0.056	0.17
	Al ₂ O ₃	0.412	0.43	0.375	0.409	0.386	0.429	0.409	0.451	0.418	0.407	0.438	0.415	0.022	5.29
	CaO	0.767	0.783	0.754	0.802	0.811	0.757	0.762	0.794	0.805	0.745	0.782	0.778	0.023	2.92
	Cr ₂ O ₃	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.000	0.00
	MgO	2.165	2.256	2.048	2.157	2.329	2.258	2.063	2.078	2.155	2.147	2.123	2.162	0.088	4.08
	MnO	0.952	0.987	0.943	0.959	0.915	0.932	0.948	0.933	0.967	0.947	0.918	0.946	0.021	2.230
	Nb ₂ O ₅	0.0160	0.0150	0.0150	0.0170	0.0160	0.0160	0.0150	0.0160	0.0170	0.0160	0.0150	0.0160	0.001	4.750
	P ₂ O ₅	0.316	0.328	0.307	0.298	0.301	0.315	0.328	0.311	0.305	0.328	0.325	0.315	0.011	3.58
	SiO ₂	2.368	2.472	2.289	2.325	2.299	2.435	2.468	2.397	2.352	2.348	2.407	2.378	0.063	2.66
	SnO ₂	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0.0100	0	0
	V ₂ O ₅	0.0970	0.0970	0.0970	0.0930	0.0910	0.0980	0.0990	0.0960	0.0970	0.0980	0.0940	0.0960	0.0020	2.43
	ZrO ₂	0.0490	0.0500	0.0480	0.0510	0.0480	0.0500	0.0480	0.0490	0.0490	0.0510	0.0500	0.0494	0.0011	2.27

备注：Sn、Cr 数据正在确认中。

3. 主要实验（或验证）的分析

新疆湘润新材料科技有限公司检测中心(A)为起草单位，攀钢集团研究院有限公司(B)、昆明冶金研究院有限公司(C)和深圳华普通用科技有限公司(D)为第一验证单位，国标（北京）检验认证有限公司(E)、宁夏东方钽业股份有限公司(F)、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司(G)和山东中金岭南铜业有限责任公司(H)为第二验证单位，按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求对各家验证数据分别按照重复性和再现性的公式进行计算，得到不同含量的重复性限和再现性限。各家数据统计见表 11~X。

表 9 TiO₂ 验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 X Fe 验证数据

试验单位	水平 1	水平 2	水平 3
------	------	------	------

	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 X Al_2O_3 验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 X CaO 验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 X Cr_2O_3 验证数据

试验单位	水平 1	水平 2	水平 3

	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 X MgO 验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 X MnO 验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 X Nb₂O₅ 验证数据

试验单位	水平 1	水平 2	水平 3

	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 X P_2O_5 验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 X SiO_2 验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 X SnO_2 验证数据

试验单位	水平 1	水平 2	水平 3

	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 X V_2O_5 验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

表 21 ZrO_2 验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A						
B						
C						
D						
E						
F						
G						

4 重复性限和再现性限计算

在完成相关条件试验并汇总数据后，按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》，对 9 家参编单位的试验验证数据进行统计计算，并结合线性内插或外延法，得出各统一样的重复性限和再现性限。

4.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值的范围内，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 ）的情况不超过 5%，重复性限（ r ）按表 X 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 X 重复性限

测定元素	质量分数 $w/\%$	重复性限 (r) /%	测定元素	质量分数 $w/\%$	重复性限 (r) /%
TiO ₂			SiO ₂		
Fe			Cr ₂ O ₃		
MnO			SnO ₂		
P ₂ O ₅			V ₂ O ₅		
CaO			Nb ₂ O ₅	质量分数 /%	再现性限 (R) /%
MgO			ZrO ₂		
Al ₂ O ₃			/		

4.2 再现性

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值的范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过 5%，再现性限（ R ）按表 X 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 X 再现性限

测定元素	质量分数 /%	再现性限 (R) /%	测定元素	质量分数 /%	再现性限 (R) /%
TiO ₂			SiO ₂		
Fe			Cr ₂ O ₃		
MnO			SnO ₂		

P ₂ O ₅			V ₂ O ₅		
CaO			Nb ₂ O ₅	质量分数/%	再现性限(R) /%
MgO			ZrO ₂		
Al ₂ O ₃			/		

四、标准中涉及的专利情况

本标准不涉及专利问题。

五、标准预期达到的社会效益等情况

本标准修订过程中，由修订单位对国际、国内标准进行了查阅和调研，制定的方法更能紧密联系实际检测工作，为行业标准《钛铁矿精矿化学分析方法 第 3 部分：多元素含量的测定 X 射线荧光光谱法》的修订项目，修订后的分析方法，提高了检测效率，降低了检测成本，具有操作简单、测定结果精密度好、结果准确的优点，减少化学试剂和水的用量，从而减少污染物的排放，保护了环境，补充了 YS/T 360 的系列方法，促进钛行业发展，更好的服务于生产企业及市场贸易，为钛铁矿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

无。

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

本标准的技术内容与现行相关法律、法规、规章及相关标准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

无。

九、标准性质的建议说明

根据标准化法和有关规定，建议本标准的性质为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

1. 首先应在实施前保证标准文本的充足供应，使相关生产和应用单位以及检测机构等都能及时获得本标准文本，这是保证新标准贯彻实施的基础。

2. 本次制定的《《钛铁矿精矿分析方法 第 3 部分：多元素含量的测定 X 射线荧光光谱法》》，不仅与生产企业有关，而且与应用单位、检测机构等相关。对于标准使用过程中容易出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3. 可以针对标准使用的不同对象，如质量监管等相关部门，有侧重点地进行标准的培训和宣贯，以保证标准的贯彻实施。

十一 废止现行有关标准的建议

在本标准发布实施之日起，代替 YS/T 360.3-2011《氧化亚铁量的测定 重铬酸钾滴定法》。

十二 其他应予说明的事项

无。

《钛铁矿精矿分析方法 第 3 部分：多元素含量的测定 X 射线荧光光谱法》标准编制组

2025-03-01

行业标准征求意见回函表

填表时间： 2024 年 12 月 12 日

单位名称		新疆湘润新材料科技有限公司			
通讯地址		新疆哈密市伊州区城市南部、南部循环经济产业园、哈若铁路东南侧	电子信箱	yangzj9950@163.com	
联系人		杨再江	电话	15348608407	传真
序号	标准的章、条编号	修改意见或建议	修改理由		备注
1	引言	增加引言部分	西北有色金属研究院稀有金属材		采纳
2	3.3 熔样温度、熔样时间的选择	确认熔样温度、熔样时间的选择	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司		采纳
3	8.4.1 校正曲线的制作	把校正曲线的制作添加到附录 A 中	湖南柿竹园有色金属有限责任公司		采纳
4	8.4.3 测量条件 推荐测定条件	把推荐测定条件添加到附录 B 中	湖南柿竹园有色金属有限责任公司		采纳