

ICS XXXXXX

CCS X XXX

团 体 标 准

T/CIECCPA XXX—20XX

高纯二氧化钛的技术要求和检测方法指南

The technical requirement and guide to detection methods of
high purity titanium dioxide

(征求意见稿)

20XX - XX - XX 发布

20XX - XX - XX 实施

中国工业节能与清洁生产协会 发布

СЛЕДСТВИЕ

前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件由潜江方圆钛白有限公司提出。

本文件由中国工业节能与清洁生产协会归口。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件主要起草单位：。

本文件主要起草人：。

СЛЕДСТВИЕ

高纯二氧化钛的技术要求和检测方法指南

1 范围

本标准规定了高纯二氧化钛的技术要求、试验方法、检验规则、检验结果的判定以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于硫酸法工艺生产的高纯二氧化钛产品。主要用于光学玻璃、特种玻璃、超细合金等以及 PTC 热敏电阻、MLCC 片式多层陶瓷电容器、PZT 压电陶瓷片等的原料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注明日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191	包装储运图示标志
GB/T 1706	二氧化钛颜料
GB/T 3049	工业用化工产品铁含量测定的通用方法：1,10-菲罗啉分光光度法
GB/T 6678	化工产品采样总则
GB/T 6682	分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170	数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 23842	无机化工产品中硅含量测定通用方法：还原硅钼酸盐分光光度法
HG/T3696.1	无机化工产品化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备第 1 部分：标准滴定溶液的制备
HG/T3696.2	无机化工产品化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备第 2 部分：杂质标准溶液的制备
HG/T 3696.3	无机化工产品化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备第 3 部分：试剂及制品的制备
HG/T 4202	非颜料用二氧化钛

3 分子式和相对分子量

分子式：TiO₂

相对分子量：79.88 (按 1997 年国际原子量)

4 技术要求

4.1 外观：外观白色或淡黄色粉末，无异物混入。

4.2 粒子形貌：单分散呈球形或近似球形。

4.3 要求：高纯二氧化钛技术要求应符合表 1 的要求。

表 1 高纯二氧化钛技术要求

检测项目	质量指标		
	A 型	B 型	C 型
二氧化钛（以 TiO ₂ 计）质量分数/ %	≥ 99.40	≥ 99.20	≥ 99.00
三氧化二铁（以 Fe ₂ O ₃ 计）质量分数/ %	≤ 0.005	≤ 0.008	≤ 0.010
二氧化硅（以 SiO ₂ 计）质量分数/ %	≤ 0.010	≤ 0.020	≤ 0.040
硫（以 S 计）质量分数/ %	≤ 0.010	≤ 0.015	≤ 0.020
磷（以 P 计）质量分数/ %	≤ 0.013	≤ 0.018	≤ 0.043
钙、镁、钾、钠（以 Ca、Mg、K、Na 计）质量分数/ %	—	≤ 0.20	≤ 0.20
钠、镁（以 Na、Mg 计）质量分数/ %	≤ 0.007	—	—
五氧化二铌（以 Nb ₂ O ₅ 计）质量分数/ %	≤ 0.030	≤ 0.050	≤ 0.060
三氧化二铝（以 Al ₂ O ₃ 计）质量分数/ %	≤ 0.008	—	—
细度（45um 筛余物） %	≤ 0.30	≤ 0.30	≤ 0.30
1000℃灼烧减量/ %	≤ 0.10	≤ 0.50	≤ 0.50

5 试验方法

所用试剂应采用分析纯试剂及以上级别的试剂，使用 GB/T6682 规定的三级水或相应纯度的水。

5.1 外观

在自然光下，用目视法判定外观。

5.2 二氧化钛含量的测定

5.2.1 金属铝还原法

按 GB1706 中 7.1 的规定进行。

5.3 三氧化二铁含量的测定

5.3.1 方法提要

同 GB/T 3049 第 3 章。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 硫酸铵

5.3.2.2 浓硫酸

5.3.3 其余同 GB/T3049 第 4 章。

5.3.4 仪器

分光光度计：带有光程为 4cm 或 5cm 的比色皿。

5.3.5 分析步骤

5.3.5.1 工作曲线的绘制

使用 4cm 或 5cm 的比色皿，取相应体积的铁标准溶液，按 GB/T3049 第 6.3 条规定绘制工作曲线。

5.3.5.2 测定

称取 0.3g 试样，准确至 0.0002g，置于 100mL 干燥的烧杯中，加 3g 硫酸铵和 5mL 浓硫酸，混匀，置于电炉上慢慢加热，至试样全部溶解至澄清，冷却至室温。以下按 GB/T3049 第 6.4 条从“必要时，加水至 60 mL …”开始进行操作。从工作曲线上查出相应的铁含量。同时按同样方法作空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其它加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

5.3.6 结果计算

三氧化二铁含量以三氧化二铁 (Fe_2O_3) 的质量分数 W_1 计，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算。

$$W_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.430 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克 (mg)

m_0 从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克 (mg)

m 试样质量的数值，单位为克 (g)

1.430 将铁换算为三氧化二铁的系数

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

备注：在条件允许情况下，也可采用仪器检测，例如电感耦合等离子元素分析仪 (ICP)，该检测方法和结果同样适用。

5.4 二氧化硅含量的测定

5.4.1 方法提要

同 GB/T23842 第 3 章。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 无水碳酸钠。

5.4.2.2 其余同 GB/T23842 第 6 章。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 分光光度计：带有光程为 5cm 的比色皿。

5.4.3.2 其余同 GB/T 23842 第 7 章。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 工作曲线的绘制

使用 5cm 的比色皿，取相应体积的硅标准溶液，按 GB/T 23842 第 8.3 条规定绘制工作曲线。

5.4.4.2 试验溶液的制备

称取约 1g 试样，精确至 0.0002g，置于盛有 2g 无水碳酸钠的铂坩锅中，然后再覆盖 1g 无水碳酸钠，用铂刮勺充分搅匀，置于高温炉中在 900℃±20℃ 下加热 30 min 至二氧化钛全部熔融，冷却后加少量水溶解，将坩锅内溶液全部移入 250 mL 无硅材料制成的烧杯中，加 40 mL 水，置于沸水浴中加热 10 min，冷却后过滤置于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，将定容后的试验溶液移入无硅材料制成的瓶中，此溶液为试验溶液 A，用于二氧化硅含量和磷含量的测定。

5.4.4.3 空白试验溶液的制备

空白试验溶液除不加试样外，其他操作和加入的试剂的种类和量与试验溶液相同。

5.4.4.4 测定

分别移取 1.00mL 试验溶液 A 和 1.00mL 空白试验溶液，置于两个 100mL 用无硅材料制成的烧杯中，用水稀释至约 25mL，以下按 GB/T 23842 第 8.4.2 条和第 8.4.3 条进行测定。

5.4.5 结果计算

二氧化硅含量以二氧化硅 (SiO₂) 的质量分数 W₂ 计，数值以 % 表示，按公式 (2) 计算

$$W_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m/200} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m₁ 从工作曲线上查出的试验溶液中二氧化硅的质量的数值，单位为微克 (ug)。

m₀ 从工作曲线上查出的空白试验溶液中二氧化硅的质量的数值，单位为微克 (ug)。

m 试料质量的数值，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

备注：在条件允许情况下，也可采用仪器检测，该检测方法和结果同样适用。

5.5 硫含量的测定

5.5.1 试剂

5.5.1.1 碳硫标准钢样（C 含量 0.12%，S 含量 0.14%）

5.5.1.2 纯铁助溶剂

5.5.1.3 钨粒

5.5.1.4 氧气

5.5.2 仪器、设备

HCS-878 红外碳硫分析仪

5.5.3 测定

5.5.3.1 标样检测。精确称取 $0.3\pm 0.001\text{g}$ 的碳硫钢标样，均匀的铺在坩埚底部，取一平勺钨粒均匀的覆盖在标样上，用坩埚钳将装样的坩埚平稳的放在仪器的坩埚座上，点击软件上的“气缸升降”，然后点击软件上的“分析样品”，分析结束后坩埚座会自动下降，软件上会显示测量数值。连续测量 3 次，分别在测量数值前面填写标样的碳硫值，选择三组数据点击软件上的“数据校正”。

5.5.3.2 试样检测。精确称取 $0.2\pm 0.001\text{g}$ 的试样，均匀的铺在坩埚底部，取一平勺纯铁助溶剂均匀的覆盖在试样上，再取一平勺钨粒均匀的覆盖在纯铁助溶剂上。用坩埚钳将装样的坩埚平稳的放在仪器的坩埚座上，点击软件上的“气缸升降”，然后点击软件上的“分析样品”，分析结束后坩埚座会自动下降，软件上会显示测量数值。

5.5.3.3 使用坩埚钳将废坩埚取下放入金属容器内，并清理坩埚座周边卫生以待下一个样品的检测。

5.5.3.4 进行平行样检测。（平行样绝对值误差：C 含量 $\pm 0.005\%$ ）

备注：除了红外碳硫分析仪，也可采用其他检测硫含量的仪器，该检测方法和结果同样适用。

5.6 磷含量的测定

5.6.1 方法提要

以无水碳酸钠熔融试样，试样中的磷在硫酸介质中与钼酸铵生成磷钼酸盐，用抗坏血酸还原成磷钼蓝，在最大吸收波长下，测其溶液的吸光度。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 无水碳酸钠

5.6.2.2 硫酸溶液：1+1

5.6.2.3 硫酸溶液：1+11

5.6.2.4 硫酸溶液：1+23

5.6.2.5 钼酸铵溶液：100 g/L

5.6.2.6 抗坏血酸溶液：10 g/L

5.6.2.7 酚酞指示液：10 g/L

5.6.2.8 磷标准溶液：1 mL 溶液含磷（P）0.01 mg

移取 1.00mL 按 HG/T3696.2 要求配制的磷标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液使用前制备。

5.6.3 仪器

分光光度计带有光程 2cm 比色皿。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0.00ml、1.00mL、2.00mL、3.00ml、4.00mL、5.00mL 磷标准溶液置于 100mL 容量瓶中，加入 20 mL 水、24mL 硫酸溶液（4.5 2.3）、2mL 钼酸铵溶液、2mL 抗坏血酸溶液、30mL 硫酸溶液（4.5 2.4），置于沸水浴中加热 10 min 后，冷却至室温，用硫酸溶液（4.5 2.4）稀释至刻度，摇匀。以水为参比，用 2 cm 比色皿在 680 nm 处测定各溶液的吸光度。从每个标准比色液的吸光度中减去空白溶液的吸光度，以磷的质量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.6.4.2 空白试验溶液的制备

空白试验溶液除不加试样外，其他操作和加入的试剂的种类和量与试验溶液相同。

5.6.4.3 测定

移取 5.00mL 试验溶液 A（4.3 4.2）和 5.00mL 空白试验溶液（4.3 4.3），分别置 100 mL 容量瓶中，加 10mL 水和 1 滴酚酞指示液，用硫酸溶液（4.5 2.2）调到中性，加 24mL 硫酸溶液（4.5 2.3）、2mL 钼酸铵溶液、2mL 抗坏血酸溶液和 30mL 硫酸溶液（4.5.2.4）。置于沸水浴中加热 10min 后，冷却至室温，用硫酸溶液（4.5 2.4）稀释至刻度摇匀，以水为参比，用 2cm 比色皿在 680nm 处测其吸光度。同时、同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出对应的磷的质量。

5.6.5 结果计算

磷含量以磷（P）的质量分数 W_3 计，数值以%表示，按公式（3）计算：

$$W_3 = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^{-3}}{m \times 5/200} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_2 从工作曲线上查出的试验溶液中磷的质量的数值，单位为毫克（mg）。

m_1 从工作曲线七查出的空白试验溶液中磷的质量的数值，单位为毫克（mg）。

m 试料质量(4.3 4.2)单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.003 %。

备注：在条件允许情况下，也可采用 ICP 检测，该检测方法和结果同样适用。

5.7 钙、镁含量的测定

5.7.1 方法提要

试样以浓硫酸和硫酸铵溶解。在原子吸收分光光度计 422.7nm 和 285.2nm 处，采用标准加入法分

别测定钙和镁含量。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 硫酸铵

5.7.2.2 浓硫酸

5.7.2.3 氯化镧溶液：100g/L

5.7.2.4 盐酸溶液：1+1

5.7.2.5 钙标准溶液：1mL 溶液含钙（Ca）0.01mg

移取 1.00mL 按 HG/T3696.2 配制的钙标准溶液置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.7.2.6 镁标准溶液：1mL 溶液含镁（Mg）0.01mg。

移取 1.00mL 按 HG/T3696.2 配制的镁标准溶液置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.7.2.7 二级水：符合 GB/T6682 规定

5.7.2.8 乙炔：高纯

5.7.3 仪器

原子吸收分光光度计：配有钙空心阴极灯和镁空心阴极灯

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.3g 试样，精确至 0.0002g，置于 100mL 烧杯中，加 3g 硫酸铵和 5mL 浓硫酸，盖上表面皿，在电炉上溶解至得到清晰透明的熔融物，冷却。用水吹洗表面皿及杯壁，并稀释至 40 mL，加 3mL 盐酸溶液，加热至沸，保持微沸 1-2 min，冷却后转移至 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度摇匀。此溶液为试验溶液 B，用于测定钙镁含量和钾钠含量。

5.7.4.2 测定

移取四份 10.00 mL 试验溶液 B，分别置于四个 100mL 容量瓶中，按表 2 分别加入各种杂质元素标准溶液，再分别加入 8 mL 氯化镧溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

表 2 各杂质标准溶液的移取体积移取标准溶液的体积

杂质元素	移取标准溶液的体积/mL			
	1	2	3	4
钙	0	2.00	4.00	8.00
镁	0	1.00	2.00	4.00

在原子吸收分光光度计上，使用空气乙炔火焰，选择最佳仪器工作条件，在表 3 给出的元素测定波长下，用水调零，测量上述溶液的吸光度。

表 3 各杂质元素测定波长

杂质元素	钙	镁
测定波长/nm	422.7	285.2

以加入标准溶液的待测元素质量 (mg) 为横坐标, 相应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线, 将曲线反向延长与横坐标相交, 交点即为试验溶液中待测元素的质量。

5.7.5 结果计算

钙含量以钙 (Ca) 的质量分数 W_4 计, 数值以%表示, 按公式 (4) 计算

$$W_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 由工作曲线查出的试验溶液中钙的质量的数值, 单位为毫克 (mg)。

m 试料质量的数值, 单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

镁含量以镁 (Mg) 的质量分数 W_5 计, 数值以%表示, 按公式 (5) 计算

$$W_5 = \frac{m_2 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_2 由工作曲线查出的试验溶液中镁的质量的数值, 单位为毫克(mg)。

m 试料质量的数值, 单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

钙镁含量以钙和镁的含量 W_6 计, 数值以%表示, 按公式 (6) 计算:

$$W_6 = W_4 + W_5 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

W_4 钙的质量分数, 数值以%表示。

W_5 镁的质量分数, 数值以%表示。

备注: 在条件允许情况下, 也可采用 ICP 检测, 该检测方法和结果同样适用。

5.8 钾、钠含量的测定

5.8.1 方法提要

试样以浓硫酸和硫酸铵溶解, 用氯化铵消除钛的干扰, 于带火焰发射的原子吸收分光光度计波长 766.5 nm 和 589.0nm 处, 采用标准加入法分别测定氧化钾和氧化钠含量。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 浓硫酸

5.8.2.2 硫酸铵

5.8.2.3 硫酸溶液：1+3

5.8.2.4 氯化铵溶液：5+95

5.8.2.5 钾标准溶液：1mL 溶液含钾（K）0.01mg

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钾标准溶液置 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.8.2.6 钠标准溶液 1mL 溶液含钠（Na）0.01mg。

移取 1.00mL 按 HG/T3696.2 配制的钠标准溶液置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.8.2.7 二级水：符合 GB/T6682 规定。

5.8.2.8 乙炔：高纯

5.8.3 仪器

原子吸收分光光度计配有钾空心阴极灯和钠空心阴极灯

5.8.4 分析步骤

测定：按表 4 移取各种杂质元素标准溶液，分别置于四个 100mL 容量瓶中，再分别加入 5.00mL 试验溶液 B（4.6.4.1）、2mL 硫酸溶液和 1mL 氯化铵溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

表 4 各杂质标准溶液的移取体积

杂质元素	移取标准溶液的体积 / mL			
	1	2	3	4
钾	0	2.00	4.00	8.00
钠	0	1.00	4.00	8.00

在原子吸收分光光度计上，使用空气-乙炔火焰，选择最佳仪器工作条件，在表 5 给出的元素测定波长下，测其辐射强度。

表 5 各杂质元素测定波长

杂质元素	钾	钠
测定波长/nm	766.5	589.0

以加入标准溶液的待测元素质量（mg）为横坐标，相应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，交点即为试验溶液中待测元素的质量。

5.8.5 结果计算

钾含量以钾（K）的质量分数 W_7 计，数值以%表示，按公式（7）计算：

$$W_7 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 5/100} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m_1 由工作曲线查出的试验溶液中钾的质量的数值，单位为毫克（mg）。

m 试料质量（4.6.4.1）的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值钾含量不大于 0.008 %。

钠含量以钠（Na）的质量分数 W_8 计。数值以%表示，按公式（8）计算：

$$W_8 = \frac{m_2 \times 10^{-3}}{m \times 5/100} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m_2 由工作曲线查出的试验溶液中钠的质量的数值，单位为毫克（mg）。

m 试料质量(4.6 4.1) 的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值钠含量不大于 0.008%。

钾钠含量以钾和钠的合量 W_9 计，数值以%表示，按公式（9）计算：

$$W_9 = W_7 + W_8 \dots\dots\dots (9)$$

W_7 氧化钾的质量分数，数值以%表示。

W_8 氧化钠的质量分数，数值以%表示。

备注：在条件允许情况下，也可采用 ICP 检测，该检测方法和结果同样适用。

5.9 五氧化二铋的测定

采用荧光分析仪进行测定，荧光仪为 venus-200，上海帕纳科（其他仪器检测方法和结果同样适用）。

5.10 筛余物的测定

按 GB/T 1706 的 7.4 中的规定进行。

5.11 灼烧减量

5.11.1 仪器、设备

高温炉：温度能控制在设定温度 $\pm 25^\circ\text{C}$ 。

5.11.2 分析步骤

称取约 2g 试样，精确至 0.0002g，置于预先于 $800 \pm 25^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，置于 $800 \pm 25^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定。

5.11.3 结果计算

灼烧减量以质量分数 W_{10} 计，数值以%表示，按公式（10）计算：

$$W_{10} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中：

m_1 灼烧前试料和瓷坩埚质量数值，单位为克（g）

m_2 灼烧后试料和瓷坩埚质量数值，单位为克（g）

m 灼烧前试料质量数值，单位为克（g）

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.06%。

6 检验规则

6.1 高纯二氧化钛产品在出公司前，应由公司的质量检验部门按本标准的规定进行检验。公司应保证所有出厂产品都符合本标准的技术要求，每一批出公司的产品应附有生产日期和合格证。

6.2 取样方法：按 GB/T6678 中有关规定进行，取具有代表性的样品。

6.3 接收部门有权按本标准的规定对产品进行检验，如发现质量不符合标准规定时，供需双方共同按规定，重新取试样进行复验，如仍不符合本标准的规定，产品即为不合格品。

6.4 供需双方在产品质量上发生争议时，应由产品质量监督检验机构按 Q/QFY006-2021 中的要求进行仲裁。

7 检验结果的判定

按 GB/T8170 中修约值比较法进行。

8 产品标志、包装、运输、贮藏

8.1 标志

产品包装袋上应印有牢固、清晰的标志，包括公司名称、产品名称、注册商标、标准代号、生产批号、净重、生产日期及规定的“防潮”标志。

8.2 包装

产品阀口纸袋包装，也可用其它适宜的包装材料包装。

8.3 运输

运输、装卸时要轻装、轻卸，防止包装污染及破损。产品运输中应防止雨淋和阳光曝晒。

8.4 贮存

产品应按分类、分批存放在通风干燥处，严禁与产品可发生反应的物质接触，并注意防潮。