

《白刚玉、铬刚玉化学分析方法》国家标准

征求意见稿编制说明

郑州磨料磨具磨削研究所有限公司等

2019 年 06 月

一、工作简况，包括任务来源、协作单位、主要工作过程、国家标准主要起草人及其所做的工作等

1. 任务来源

国家标准化管理委员会关于下达 2019 年第一批推荐性国家标准计划的通知（国标委发〔2019〕11 号）下达了“白刚玉、铬刚玉化学分析方法”的修订任务，计划编号 20190680-T-604，主要起草单位为郑州磨料磨具磨削研究所有限公司，项目周期 24 个月。

2. 主要工作过程

起草（草案、调研）阶段：接到计划后，根据工作需要，成立了标准起草工作组。工作组对标准修订工作的具体事宜进行了研究、协商，确定了工作方案、人员分工和时间进度。

工作组在工作过程中广泛收集了国内外相关技术文献和资料，对原标准发布实施以来的执行情况和国内外白刚玉、铬刚玉化学分析技术的发展、变化情况进行了充分的调研，分析了科研、生产、测试过程中积累的相关数据，结合我国白刚玉、铬刚玉生产厂家产品和市场需求的实际情况，开展了标准的起草工作，于 2019 年 5 月形成了工作组讨论稿。2019 年 6 月 12 日工作组召开了会议，对标准草案进行了讨论，后根据讨论意见对标准草案进一步修改完善后形成了标准征求意见稿，并经工作组组长审核后报标委会秘书处。

3. 主要参加单位和工作组成员及其所做的工作

本标准由郑州磨料磨具磨削研究所有限公司、郑州玉发高新材料有限公司、淄博金纪元研磨材有限公司、山东鲁信四砂泰山磨料有限公司共同负责起草。

工作组主要成员：张仪、陈学彬、何世尊、丁建平、徐纪凤、张林州、袁全忠、丁捷、王敏。其中张仪任工作组组长，全面协调标准的修订工作，并负责对各阶段标准的审核；陈学彬、何世尊、丁建平、徐纪凤负责资料收集、调研和确定技术方案工作；张林州负责具体起草工作，并对各方的意见和建议进行归纳和分析；袁全忠、丁捷、王敏负责数据分析和试验验证工作。

二、国家标准编制原则和确定国家标准主要内容（如技术指标、参数、公式、性能要求、试验方法、检验规则等）的论据（包括试验、统计数据），修订国家标准时，应增列新旧国家标准水平的对比

1. 标准编制原则

本标准的编制是根据当前国内外白刚玉、铬刚玉的生产和使用现状，结合国内外白刚玉、铬刚玉化学分析技术水平。从科学性、适用性出发，既要满足国内外市场的需求，又要反映技术进步。

本标准充分考虑了行业传统和大型分析仪器的普及情况，在保留和完善原手工分析方法的基础上，增加了三氧化二铁测定的磺基水杨酸比色法；根据大型科学仪器设备的应用和普及，增加了X射线荧光光谱分析（熔铸玻璃片法）和电感耦合等离子体原子发射光谱法测定二氧化硅，三氧化二铁，氧化钙，氧化镁，氧化钾，氧化钠，三氧化二铬含量。

2. 主要内容的论据

（1）关于分析试样的制备

原 2007 版标准中对于结晶块试样允许使用钢研钵将样品研细至全部通过 106 μm 筛网，但是在用钢研钵研细样品时会引入铁质物质，且不易被磁铁吸出，最终导致三氧化二铁检测结果偏高。部分实验室需要检测三氧化

二铁时单独使用刚玉研钵制样，过程相对繁琐。所以本次修订删除了钢研钵，鉴于后期用刚玉研钵不会引入铁质物质，且全部通过 106 μm 筛网的样品有团聚和粘附性影响吸取铁质，故将吸取铁质前置到“破碎至完全通过 2mm 筛网”后。

（2）增加了三氧化二铁测定的磺基水杨酸比色法

目前我国一般均采用磺基水杨酸比色法测定三氧化二铁，经过长期的实践验证，并得到行业认可和广泛采用，检测结果稳定可靠。

（3）增加了 X 射线荧光光谱分析（熔铸玻璃片法）

X 射线荧光光谱分析作为一种快速、高效的检测方法，在钢铁、冶金、矿物等材料分析领域发挥着巨大的作用。白刚玉（铬刚玉）作为一种高温冶炼的产品，具有杂质成分较多，含量较低的特点，利用传统的化学或仪器分析方法只能一次分析一至两个元素，工作效率低、检测流程繁琐、人为因素影响大。

本次标准修订，在购买或制作相关标准物质，建立校准工作曲线的基础上，对 X 射线衍射法与化学分析或其他仪器分析方法进行了对比试验，结果表明：X 射线荧光光谱分析在极大提高工作效率的同时，检测结果也非常稳定可靠，人为因素影响极小，是一种高效的检测方法，故本次修订增加了此方法。

（4）增加了电感耦合等离子体原子发射光谱分析

相比于 X 射线荧光光谱分析和化学分析方法，电感耦合等离子体发射光谱法具有检出限量低的特点，适合高品级、低杂质含量刚玉产品的检测，如低钠刚玉、纯度较高的氧化铝等。

本次标准修订，作为一种方法补充，可以完善白刚玉（铬刚玉）的检

测方法，满足市场对微量或痕量杂质元素分析的需求。

(5) 关于标准的其它修改部分

依据 GB/T 1.1—2009 给出的规则对原国家标准进行了修订，主要为编辑性修改。

3. 与原标准水平对比

本标准与原标准相比，主要是完善了原手工分析方法的相关内容和增加了采用大型仪器分析的方法，内容上更加完善，技术上更加先进，适应了检测技术发展的需要。

三、主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

1. 磺基水杨酸比色法测定三氧化二铁含量的试验验证

磺基水杨酸比色法已经作为一种标准方法在 GB/T 3043-2017《普通磨料 棕刚玉化学分析方法》中得到应用，本次试验验证主要对比了磺基水杨酸比色法、X 射线荧光光谱法、邻菲罗啉比色法的差异，数据见表 1。

表 1 三氧化二铁不同方法比对试验数据

序号	对照方法	检测结果 (%)
		Fe ₂ O ₃
1	邻菲罗啉比色法	0.06
	磺基水杨酸比色法	0.06
	XRF 法	0.08
	不同方法结果极差	0.02
	允许误差	±0.02
2	邻菲罗啉比色法	0.04
	磺基水杨酸比色法	0.03
	XRF 法	0.05
	不同方法结果极差	0.02
	允许误差	±0.02
3	邻菲罗啉比色法	0.26

	磺基水杨酸比色法	0.26
	XRF 法	0.25
	不同方法结果极差	0.01
	允许误差	±0.02

数据显示，磺基水杨酸比色法对三氧化二铁含量的检测结果与原邻菲罗啉比色法及其他方法的检测结果一致，偏差在允许误差范围内，表明该检测技术准确可靠。

2. X 射线荧光光谱分析（熔铸玻璃片法）和电感耦合等离子体发射光谱分析的误差试验验证

选取不同杂质含量的样品，用不同的方法进行了对比试验，数据见表 2。

表 2 X 射线荧光光谱分析（熔铸玻璃片法）和电感耦合等离子体发射光谱与原方法比对试验数据

序号	对照方法	检 测 结 果 (%)						
		SiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃
白刚玉	原方法	0.12	0.01	0.14	0.01	0.01	0.02	/
	XRF 法	0.10	0.02	0.12	0.01	0.01	0.02	/
	ICP 法	0.11	0.01	0.13	0.0017	0.0031	0.01	/
	允许误差	±0.03	±0.04	±0.04	±0.05	±0.05	±0.02	/
白刚玉	原方法	0.02	0.05	0.48	0.04	0.01	0.04	/
	XRF 法	0.02	0.04	0.49	0.03	0.01	0.06	/
	ICP 法	0.03	0.06	0.51	0.04	0.01	0.05	/
	允许误差	±0.03	±0.04	±0.04	±0.05	±0.05	±0.02	/
铬刚玉	原方法	0.04	0.01	0.26	0.05	0.01	0.02	0.41
	XRF 法	0.04	0.01	0.25	0.04	0.01	0.02	0.38
	ICP 法	0.03	0.01	0.23	0.05	0.01	0.02	0.38
	允许误差	±0.03	±0.04	±0.04	±0.05	±0.05	±0.02	±0.04
铬刚玉	原方法	0.03	0.01	0.21	0.05	0.01	0.01	0.91
	XRF 法	0.03	0.01	0.23	0.03	0.01	0.01	0.87
	ICP 法	0.02	0.01	0.20	0.05	0.01	0.01	0.88
	允许误差	±0.03	±0.04	±0.04	±0.05	±0.05	±0.02	±0.05

数据显示，各成分含量新增加方法与原方法比较，检测结果偏差均在

允许误差范围内，表明检测技术准确可靠。

3. 电感耦合等离子体发射光谱分析重复性试验验证

分析结果的可靠性通常用重复性和准确度来衡量。重复性是一样品在尽可能一致的条件下多次测量结果的重现程度。选取一个样品，按标准方法制样后连续进样 10 次，验证设备和方法的稳定性和重复性，试验数据见表 3。

表 3 电感耦合等离子体发射光谱分析重复性试验数据

%

项目 编号	SiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃
1	0.18	0.013	0.34	0.0065	0.0070	0.013
2	0.17	0.016	0.34	0.0066	0.0070	0.014
3	0.18	0.012	0.36	0.0071	0.0073	0.013
4	0.18	0.012	0.34	0.0068	0.0071	0.012
5	0.17	0.011	0.36	0.0068	0.0071	0.015
6	0.17	0.012	0.39	0.0074	0.0075	0.013
7	0.18	0.012	0.39	0.0072	0.0074	0.015
8	0.17	0.010	0.38	0.0069	0.0073	0.012
9	0.17	0.010	0.39	0.0073	0.0076	0.014
10	0.17	0.011	0.36	0.0071	0.0072	0.014
$\bar{X}$	0.17	0.012	0.37	0.0070	0.0073	0.014
标准偏差	0.005	0.002	0.02	0.0003	0.0002	0.001
U ₉₅	0.01	0.004	0.04	0.0006	0.0004	0.002
RSD%	2.968	13.842	5.81	4.2802	2.8528	8.001
允许误差	±0.03	±0.04	±0.04	±0.05	±0.05	±0.02

上表结果表明检测结果标准偏差均小于允许误差，且小于平均值的 1/2，重复性良好，满足标准要求，表明检测技术准确可靠。

4. X 射线荧光光谱分析（熔铸玻璃片法）重复性试验验证

选取一个样品，按标准方法制样后连续进样 10 次，验证设备和方法的

稳定性和重复性，试验数据见表 4。

表 4 X 射线荧光光谱分析（熔铸玻璃片法）重复性试验数据

%

项目 编号	SiO ₂	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃
1	0.05	0.01	0.21	0.08	0.02	0.05	0.38
2	0.05	0.01	0.22	0.08	0.02	0.05	0.39
3	0.05	0.01	0.22	0.08	0.01	0.06	0.39
4	0.05	0.02	0.22	0.09	0.02	0.05	0.39
5	0.05	0.01	0.21	0.08	0.02	0.05	0.39
6	0.04	0.01	0.22	0.07	0.02	0.05	0.37
7	0.04	0.01	0.21	0.08	0.01	0.05	0.38
8	0.05	0.01	0.21	0.08	0.02	0.06	0.38
9	0.04	0.01	0.21	0.09	0.02	0.05	0.36
10	0.04	0.02	0.21	0.08	0.02	0.05	0.38
$\bar{X}$	0.05	0.01	0.21	0.08	0.02	0.05	0.38
标准偏差	0.005	0.004	0.01	0.006	0.004	0.004	0.010
U ₉₅	0.01	0.008	0.02	0.012	0.008	0.008	0.020
RSD%	11.226	33.848	2.41	7.008	23.424	8.108	2.610
允许误差	±0.02	±0.04	±0.04	±0.05	±0.05	±0.02	±0.04

上表结果表明检测结果标准偏差均小于允许误差，且小于平均值的 1/2，重复性良好，满足标准要求，表明检测技术准确可靠。

5. 预期达到的效益、对产业发展的作用等情况

化学成分是白刚玉、铬刚玉的主要指标和产品用途区分依据，本次标准修订，既是对以往标准的修改，同时新方法的增加在提高工作效率和检测精度和准确性方面也发挥着一定作用。

本标准作为白刚玉、铬刚玉的化学分析方法标准，有助于提高我国白刚玉、铬刚玉产品的检测水平，同时检测方法与别的相关行业标准接轨，为我国白刚玉、铬刚玉产品的生产、科研和贸易交流提供了更加可靠的检

测技术，有利于促进行业进步。

四、本标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

五、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本标准没有相应的国际标准，也没有查询到相关国外先进标准。

本标准水平为国内先进水平。

六、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准符合现行的相关法律、法规。无相关的强制性国家标准。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在修订过程中无重大分歧意见。

八、国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

建议本标准为推荐性国家标准。

九、贯彻国家标准的要求和措施建议

本标准方法标准，建议批准发布六个月后实施，实施前由全国磨料磨具标准化技术委员会进行标准的宣贯培训。

十、废止现行有关标准的建议

本标准实施时，代替 GB/T 3044—2007《白刚玉、铬刚玉化学分析方法》。

十一、其他应予说明的事项

无。