**中国涂料工业协会团体标准**

**《氯化法二氧化钛颜料》**

**编制说明**

（征求意见稿）

《氯化法二氧化钛颜料》团体标准起草工作组

二〇二一年七月

**《氯化法二氧化钛颜料》**

**编制说明**

**1 工作简况**

**1.1 任务来源**

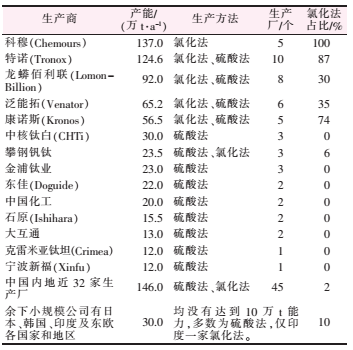
根据中国涂料工业协会《2020年度第二批团体标准制（修）订项目》计划（2020年10月）的要求，由中信钛业股份有限公司等作为主要起草单位承担团体标准《氯化法二氧化钛颜料》的编制工作，计划完成年限为十二个月。本标准由中国涂料工业协会提出并归口管理。本标准为中国涂料工业协会的团体标准，是氯化法二氧化钛颜料的产品标准。

**1.2 本标准制定的背景**

钛白粉是以二氧化钛为主要成分， 将二氧化钛经过化学方法加工成具有 200~350 nm 粒度尺寸，它是包含了二氧化钛固有的物理化学性质和经过化学加工达到最好可见光散射效应 （颗粒范围）的两层技术含义的化工产品，确切的定义应称之为颜料级二氧化钛。钛白粉作为精细的无机化工产品，广泛用在涂料、塑料、造纸、化纤、油墨、橡胶、食品、化妆品等领域。因此二氧化钛的人均消费量是反映一个国家国民生活水平的重要指标。

至 2019 年，全球钛白粉生产能力超过 800 万 t，年用量超过 750 万 t，市场价值近 250 亿美元，全球主要生产商及产能规模见表 1。

表1 全球主要钛白粉生产商及产能



2020年，42家全流程型钛白粉生产商中，实际产量达到100万t以上的特大型企业 1 家；产能达到10万 t 及以上的大型企业 11（不含 1 家特大型企业）家；产能达到 4～8 万 t 的中型企业 8 家。12 家特大型及大型生产商的综合产量为 2572 209 t，占行业总产量 73.24%；8 家中型企业的综合产量为 486205 t，产量占比为 13.84%；其余企业的综合产量为 453641 t，产量占比为 12.92%。2020 年，全国的钛白粉进口量为 17.24 万 t，出口量为 121.48 万 t，行业产量为 351.2 万 t，当年的表观需求量为 247 万 t，人均约 1.76 kg，是发达国家的 1/2 左右。

自 1958 年美国杜邦公司率先将氯化法投入商业化生产以来，至今已有 60 余年的商业生产使用历史， 其工艺流程框图见图1。 氯化法是用含钛的原料， 以氯化高钛渣或人造金红石或天然金红石等与氯气反应生成四氯化钛气体， 与原料中大部分非钛组成分离，经精馏提纯后再进行气相氧化；速冷后，经过气固分离得到 200~350 nm 的 TiO2 微晶体颜料颗粒。 该 TiO2 因吸附一定量的氯，需进行加热或蒸气处理将其移走。该工艺以连续法操作为主，气固、气液分离为手段，工艺简单，但在 1 000 ℃或更高条件氯化时，有许多化学工程问题如氯、氯氧化物、四氯化钛的高腐蚀等技术要求更高； 再加上需要对原料进行富集加工， 较之硫酸法投入的技术与投资成本相对更高； 目前规模化的生产装置几乎集中在欧美等发达地区，尤其是美国自 2004 年关闭最后一条硫酸法生产装置后全部是氯化法生产工艺。 氯化法生产为连续生产，生产装置操作的弹性不大，开停车及生产负荷不易调整，但其生产过程简单、工艺控制点少、产品质量易于达到最优的控制。加上没有硫酸法转窑煅烧工艺形成的烧结和固液分离杂质的极限缺陷， 其 TiO2 原微晶体颗粒聚集粒子易于解聚，并且产品颜色性能更优， 所以认为氯化法钛白粉产品的质量更优异。同时，与硫酸法相比，氯化法生产工艺的用地集约化程度更高，单位产品综合能耗更低，是一种绿色的二氧化钛生产工艺。因此，发改委《产业结构调整指导目录》（2019年版）中将“单线产能 3 万吨/年及以上氯化法钛白粉生产”列为鼓励类项目。

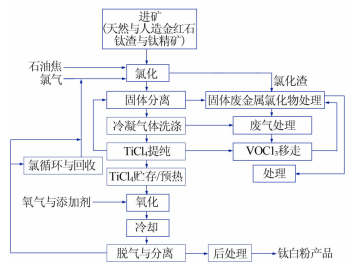


图1 氯化法二氧化钛的主要生产工艺

经过多年的发展，中信钛业股份有限公司、龙蟒佰利联集团股份有限公司、攀钢集团钒钛资源股份有限公司、宜宾天原海丰和泰有限公司等公司具有国内自主知识产权生产的氯化法二氧化钛产品已陆续投放市场，并形成了较大的市场规模，在涂料、塑料、造纸、化纤、油墨、橡胶、食品、化妆品等不同行业取得了良好的应用效果。对于推动我国钛白粉行业的整体实力，与发达国家接轨起到了十分重要的作用。

但是，目前现行的二氧化钛产品标准都是针对于广泛使用的二氧化钛产品而制定，没有针对氯化法二氧化钛产品的标准。如何有效的区分硫酸法和氯化法二氧化钛产品，在市场上有效的避免混淆，并为氯化法二氧化钛生产工艺及产品争取更多的政策支持，是目前氯化钛白粉行业共同面临的问题。

本标准的制定旨在建立氯化法二氧化钛产品的质量检测依据，有效的区别氯化法与硫酸法生产的二氧化钛产品，推动氯化法二氧化钛市场的发展，促进我国钛白粉行业的技术进步，对于促进我国钛白粉行业的高质量发展有着重要的意义。

**1.3 主要工作过程**

1）2020年6月~2020年10月，对氯化法二氧化钛颜料产品及相关标准的国内外情况进行调研，完成了标准立项建议书；

2）2020年10月，中国涂料工业协会标准化技术委员会在石家庄召开了标准立项审查会，并对2020年度第二批团体标准制（修）订项目进行了公示；

3）2020年10月，中国涂料工业协会发布了《关于印发2020年第二批中国涂料工业协会团体标准项目计划的通知》，《氯化法二氧化钛颜料》团体标准正式立项；

4）2020年10月~12月，征集参加标准制定的企业单位，提出了标准制定工作计划，组成标准编制组，完成了标准草案的编制，中信钛业股份有限公司、龙蟒佰利联集团股份有限公司、攀钢集团钒钛资源股份有限公司、宜宾天原海丰和泰有限公司、福建坤彩材料科技股份有限公司、上海颜钛实业有限公司等国内主要氯化法二氧化钛生产企业组成了标准编制组；

5）2021年1月25日，在线上召开了标准启动会暨标准第一次讨论会，对标准的初稿和主要内容（指标和定义）进行了讨论，并确定了试验方案，确定了验证试验的试验项目和方法；

6）2021年2月~5月，针对试验验证过程中部分指标的测试方法与指标的分歧，标准编制组对前期试验验证工作结果进行汇总，针对试验结果对标准指标、测试方法进行适当重新制定试验方案，并进行了验证试验；

7）2021年6月18日，召集所有参标单位及行业内相关企业技术人员在辽宁省锦州市召开了标准征求意见稿讨论会，对标准文本进行讨论，在认真听取各方意见和综合研究实验验证结果的情况下，标准主编单位对标准文稿进行了仔细修改，形成了征求意见稿。

**1.4 主要参加单位和工作组成员**

本标准主要起草单位：中信钛业股份有限公司、龙蟒佰利联集团股份有限公司、攀钢集团钒钛资源股份有限公司、宜宾天原海丰和泰有限公司、福建坤彩材料科技股份有限公司、上海颜钛实业有限公司。

本标准主要起草单位积极组织各参编单位的相关人员开展标准的编制工作，同时承担了验证试验样品的收集与配置、标准文稿和相关资料的起草与编写任务。各参编单位积极配合主编单位的组织工作。

**2 标准制定的原则和主要内容**

**2.1 标准制定的原则**

本项目的制定在参考了过内外标准及国内外企业的质量规格基础上，并参考了国内各生产企业的企业标准。因此制定标准时以行业内各企业的产品质量状况、技术水平为基础，同时结合实际的市场需要，采用国内、外普遍的检验方法，制定出反映目前国内氯化法二氧化钛产品技术水平、便于实际操作的产品性能标准。

**2.2 标准题目**

根据中国涂料工业协会《关于印发2020年第二批中国涂料工业协会团体标准项目计划的通知》计划（2020年10月），标准题目为《氯化法二氧化钛颜料》。

**2.3 标准制定的目的及适用范围**

本标准的适用范围定为：

本文件规定了氯化法二氧化钛颜料的要求、试验方法、检验规则及标志、标签、包装和贮存。

本文件适用于氯化法生产的二氧化钛颜料产品。

**2.4 引用文件**

氯化法二氧化钛产品的各项指标、测试方法试验条件等具体要求，按本标准中引用的标准或其产品现行标准进行。

**2.5 制标依据**

针对氯化法二氧化钛的产品特点，结合现行国内外相关标准中所规定的各项技术指标及试验方法，制定过程中召开多次工作会议讨论，最终确定了本标准的各项技术指标要求。具体制定标准的依据如下：

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 1706—2006 二氧化钛颜料

GB/T 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样

GB/T 5211.14 颜料筛余物的测定 机械冲洗法

GB/T 5950 建筑材料与非金属矿产品白度测量方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11942 色建筑材料色度测量方法

GB/T 30793 X-射线衍射法测定二氧化钛颜料中锐钛型与金红石型比率

GB/T3049 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

T/CSTM 00026 二氧化钛颜料中特定氧化物的测定 X射线荧光光谱法

**3主要技术内容说明**

**3.1 项目的设置**

据目前国内外氯化法二氧化钛产品的实际质量状况和使用需求，结合国内外的相关标准的项目设置，本标准拟设置5个控制项目，产品应符合表2的要求。

表2性能要求

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目 | | 技术指标 |
| TiO2的质量分数/% | ≥ | 80 |
| 筛余物（45μm）的质量分数a /﹪ | ≤ | 0.01 |
| TiO2中金红石型的含量/﹪ | ≥ | 99.8 |
| 干粉L\*a | ≥ | 99.0 |
| Fe的质量分数/﹪ | ≤ | 0.0030 |
| a 疏水二氧化钛颜料产品不测试本项目。 | | |

**3.2 试验方法的确定**

**3.2.1 TiO2的质量分数**

按GB/T 1706—2006中7.1规定进行。

**3.2.2筛余物（45μm）的质量分数**

按GB/T 5211.14规定进行。试样量为20g，分散剂为六偏磷酸钠（[10124-56-8](https://www.baidu.com/link?url=R0IF5T1kxxRanJOLakycbYCfy40kDvurZftnjbkjszwK8SbH8xzFdt_2CAw_mWCTQNwvENthHplivklTi3aNea&wd=&eqid=9a9deed70001be680000000360c81e91)），质量浓度为100g/L，用量（3 ~5）mL（根据样品分散情况可适当增加或减少）。

**3.2.3 金红石型含量的测定**

按GB/T 30793规定进行。

**3.2.4 干粉L\***

按GB/T 5950规定进行。称取（8.0~9.0）g样品，精确至0.1g。压样器压力为（3.3±0.1）MPa，保压（15±1）s。按GB/T 11942规定计算色度计中L\*值，并记录。分析结果按GB/T 8170—2008的规定修约至小数点后1位。

**3.2.5 铁含量的测定**

采用下列两项方法之一进行测定，采用方法一作为仲裁。

方法一：按照GB/T 3049规定进行。称取0.15g试样，准确至0.1mg。试液制备方法按GB/T 1706 中7.1二氧化钛含量的测定—铝还原法7.1.4.3规定进行。分析结果以Fe的质量百分数表示，按GB/T 8170-2008的规定，保留两位有效数字。

方法二：按照T/CSTM 00026规定进行。测试样片的制备与标准样片的制备一致，可根据具体情况加入一定量的粘合剂，调整样品量，确保样片满足检测要求。

**4 指标的确定**

根据编制组会上的讨论结果，编制组成员在2021年1月~2021年6月，针对试验验证过程中部分指标的测试方法与指标的分歧，标准编制小组对前期试验验证工作结果进行汇总，针对试验结果对标准指标、测试方法进行适当重新制定试验方案，并按照一定比例配置了部分验证样品，重新进行验证试验。验证结果如下。

表2 试验验证结果



同时，收集了硫酸法二氧化钛产品进行了对比验证，验证结果如表3所示。

表3 对比验证结果（硫酸法）



**5 知识产权说明**

本标准项目不涉及知识产权问题。

**6 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果等情况**

本标准工作组在充分收集、认真研究相关标准及资料的基础上，充分总结氯化法二氧化钛制品的相关要求，并且对目前市场上销售的相关产品质指标进行试验，对各生产企业生产线和流水线进行充分调研，通过反复研究和分析，建立了《氯化法二氧化钛颜料》的产品标准。经中国涂料工业协会论证组织论证，该标准的可行性和可靠性以及先进性等指标均可以达到国际先进水平的要求。

**7 采用国际标准和国外先进标准情况**

本标准项目未查阅到相关的国际标准或国外先进标准。

**8 与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性**

本标准引用的规范文件现行有效，与我国现行产品标准保持一致，现行法律法规、标准无冲突。

**9 重大分歧意见的处理意见的处理经过和依据**

无。

**10标准性质的建议说明**

本标准为中国涂料工业协会团体标准。

**11 贯彻标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过度办法、实施日期等）**

本标准预计于2021年X月进行发布，X月份开始实施，发布后2021年X月由标准归口单位中国涂料工业协会负责组织进行宣贯，措施建议如下：

1）标准正式发布后，中国涂料工业协会及时在协会网站、全国团体标准信息平台等等媒介平台上多方位进行公布、宣传。

2）由标准归口单位中国涂料工业协会组织标准宣贯培训班，邀请标准主要起草人员进行主讲，现场答疑。

**12 废止现行相关标准的建议**

无现行相关标准，不涉及废止现行相关标准的问题。

**13 其它说明事项**

无。