

团体标准

T/CSTM XXXXX—202X

碳化钛渣 碳化钛含量的测定 过氧化氢分光光度法

**Titanium carbide-containing slag—The determination
of titanium carbide content—Hydrogen peroxide spectrophotometric
method**

(征求意见稿)

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

中关村材料试验技术联盟

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》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

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。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）提出。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）归口。

碳化钛渣 碳化钛含量的测定 过氧化氢分光光度法

重要提示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了过氧化氢分光光度法测定碳化钛渣中碳化钛含量的方法。

本文件适用于碳化钛渣中碳化钛含量的测定，测定范围（质量分数）为 9.00% ~17.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第1部分：总则与定义

GB/T 6379.2 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

GB/T 6682-2008 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 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

T/CSTM 00657-2022 碳化钛渣

3 术语及定义

T/CSTM 00657-2022 界定的术语和定义适用于本文件。

3.1 碳化钛渣 Titanium carbide slag

碳化钛含量 12%~20%，其余成分为钙、镁、硅、铝、钒、铁等的氧化物。

[来源：T/CSTM 00657-2022，3.1]

4 原理

试样用硫酸、氢氟酸浸取（钙钛矿、钛铁矿等钛化物被破坏，碳化钛不被浸取）并过滤，滤渣用硝酸破坏碳化钛，再次过滤，滤液的钛采用过氧化氢分光光度法测定后，再换算成碳化钛的含量。

5 试剂与材料

5.1 除另有说明外，分析中仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682-2008 规定的三级及三级以上蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

5.2 氢氟酸， ρ 约 1.15 g/mL。

5.3 硝酸， ρ 约 1.42 g/mL。

5.4 硫酸，1+1。

5.5 过氧化氢，30%。

5.6 钛标准溶液，500.0 μg/mL。将二氧化钛（纯度不小于99.99%）在800 °C灼烧2 h后冷却至室温，称取0.1669 g置于干燥的250 mL三角瓶中，加入10 g硫酸铵，20 mL浓硫酸（ $\rho \approx 1.84$ g/mL），加热至试样完全溶解，硫酸烟冒至瓶口后，冷却，用水冲洗三角瓶，将试液转入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度摇匀。

6 仪器与设备

6.1 容量瓶应符合 GB/T 12806 的规定，分度吸量管应符合 GB/T12807 的规定，单标线吸量管应符合 GB/T12808 的规定。

6.2 分光光度计，应符合 GB/T 7729 的规定。

6.3 天平，精度为 0.0001g。

7 取制样

按照T/CSTM 00657-2022中6.1的规定进行试样的采取、干燥和制备，试料应全部通过0.125 mm筛孔。

8 步骤

8.1 试料

称取试料 0.20 g，精确至 0.0001g。

8.2 测定次数

同一试样（见 8.1），至少独立测定 2 次。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验测定，所用试剂须取自同一试剂瓶。

8.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

8.5 测定

8.5.1 将试料（见 8.1）置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，依次加入 25 mL 硫酸（见 5.4）、50 mL 水、10 mL 氢氟酸（见 5.2），在沸水浴中水浴 1h（每隔 10 分钟摇动一次）后，取出冷却至室温。用慢速滤纸过滤，用带橡皮头的玻璃棒擦洗烧杯内壁，用水冲洗烧杯 7 次~8 次并过滤后，再用水洗涤沉淀 7 次~8 次，弃去滤液，滤渣备用。

8.5.2 将 8.5.1 的滤渣连同滤纸移入 250 mL 高型烧杯中，加入 50 mL 硝酸（见 5.3），低温加热煮沸 10 min~15 min，取下冷却，转移至 200 mL 容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀。干过滤，收集滤液备用。

8.5.3. 准确分取 25.00 mL 滤液（8.5.2）于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硫酸（见 5.4）、1.0 mL 过氧化氢（见 5.5），用少量水冲洗瓶颈四周，用水稀释至刻度，摇匀。室温下放置 10 min。

8.5.4 移取适量试液（8.5.3）至 1 cm 比色皿中，以水作参比，于分光光度计 420 nm 波长处，测量其吸光度。减去随同空白溶液吸光度，得到试料溶液的净吸光度，从标准曲线上（见 8.6.2）查出相应钛含

量。

8.6 标准曲线的绘制

8.6.1 分别准确移取 0.00mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL 钛标准溶液（见 5.6）置于一组 100 mL 容量瓶中，以下按 8.5.3 加入 10 mL 硫酸（见 5.4）及以后步骤操作。

8.6.2 将各容量瓶中适量溶液（8.6.1）移入 1 cm 比色皿中，以水作参比，于分光光度计 420 nm 波长处，测量其吸光度。以钛含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

9 分析结果及其表示

9.1 碳化钛含量的计算

按式（1）计算试样中碳化钛含量 ω_{TiC} ，以质量分数（%）表示。

$$\omega_{TiC} = \frac{m_1}{m \times \frac{V_1}{V} \times 10^6} \times 1.2509 \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——从校准曲线上查得钛含量，单位为微克（ μg ）；

m ——试样量，单位为克（g）；

V_1 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

V ——试液定容体积，单位为毫升（mL）；

1.2509——钛到碳化钛换算系数。

9.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ，则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于重复性限 r ，则按照附录A的规定追加测定次数并确定分析结果。

分析结果按GB/T 8170 将数值修约至小数点后三位。

10 精密度

精密度试验数据是 2023 年由 5 个实验室对 5 个水平的碳化钛含量进行共同实验确定，样品信息见附录 B 中表 B.1。各实验室对每个水平的碳化钛含量在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 3 次，共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析，精密度函数关系式见表 2。

表 2 精密度函数关系式

碳化钛（质量分数）/%	重复性限 r	再现性限 R
9.00 ~ 17.00	$r=0.0859+0.0081m$	$R=0.0987+0.0117m$

11 试验报告

试验报告应包括但不限于下列内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本文件编号；

- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 结果的测定次数；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A

(规范性)

试样分析值接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图如A.1所示。

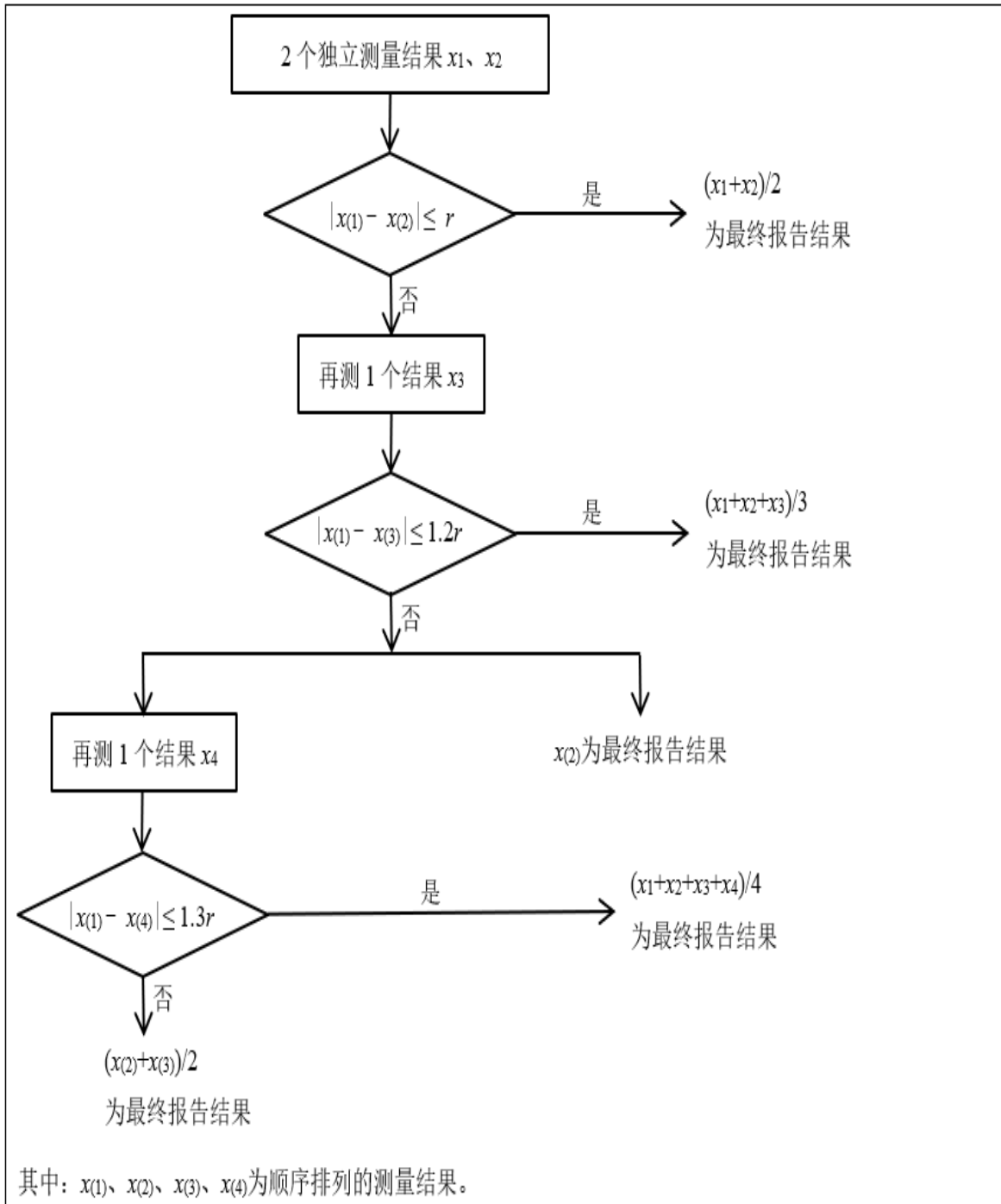


图 A.1 试样分析值接受程序流程图

附录 B
(资料性)
共同精密度试验原始数据

共同精密度试验原始数据见表B.1。

表B.1 精密度试验原始数据

实验室 i	水平 j			
	1	2	3	4
1	9.308	11.693	13.878	16.549
	9.211	11.757	14.007	16.450
	9.244	11.722	13.975	16.581
2	9.205	11.855	14.150	16.645
	9.205	11.960	14.080	16.560
	9.290	11.960	14.180	16.690
3	9.321	11.885	14.070	16.437
	9.305	11.905	14.216	16.477
	9.237	11.731	14.184	16.563
4	9.174	11.754	13.985	16.475
	9.174	11.908	14.145	16.525
	9.094	11.754	14.025	16.600
5	9.154	11.778	13.925	16.770
	9.292	11.885	14.000	16.575
	9.270	11.885	14.075	16.625

附录 C
(资料性)
起草单位和主要起草人

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

