

团体标准

T/CISA XXXXX—202X

氟钛酸钠 第2部分：总碳硫含量的测定 红外线吸收法

Sodium fluotitanate—Part 2: Determination of total carbon and sulfur content
Infrared absorption method

（征求意见稿）

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中国钢铁工业协会

发布

前 言

本文件参照 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》给出的规则起草。

T/XXX XXXX 《氟钛酸钠》分为如下 3 部分：

- 第 1 部分：氟钛酸钠 钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法
- 第 2 部分：氟钛酸钠 总碳硫含量的测定 红外线吸收法
- 第 3 部分：氟钛酸钠 铁、硅、钙、镁、锰、镍、铅、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为 T/XXX XXXX 的第 2 部分。

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。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钒钛磁铁矿综合利用标准化技术委员会(SAC/TC 579)归口。

本文件起草单位：河钢股份有限公司承德分公司、河北石油职业技术大学、承德钒钛新材料有限公司、攀西钒钛检验检测院（国家钒制品质量检验检测中心）、攀钢集团攀枝花钢铁研究有限公司

本文件主要起草人：

氟钛酸钠 第2部分：总碳硫含量的测定 红外线吸收法

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

本文件规定了红外线吸收法测定氟钛酸钠中总碳硫含量的方法概述、试验条件、试料和材料、仪器设备、样品、试验步骤、试验数据处理、允许差、试验报告。

本文件适用于氟钛酸钠中总碳硫含量的测定。测定范围（质量分数）：0.0005 %～0.200 %。

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 26497 电子天平

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法概述

试料于高频感应炉的氧气流中燃烧，碳、硫氧化生成相应的氧化物，经处理后，载有碳、硫氧化物气体的气流被送入红外线分析器的测量室，根据碳、硫氧化物吸收特定红外波长的强度与其浓度成正比，测得碳、硫含量。

5 试验条件

环境温度：18℃～30℃，湿度：20 %～80 %RH。

6 试剂与材料

6.1 高氯酸镁，试剂级，无水、粒状。

6.2 碱石棉，粒状。

6.3 玻璃棉。

6.4 钨粒，碳量小于0.002%，粒度0.8 mm～1.4 mm。

6.5 氧气，纯度大于99.95%。

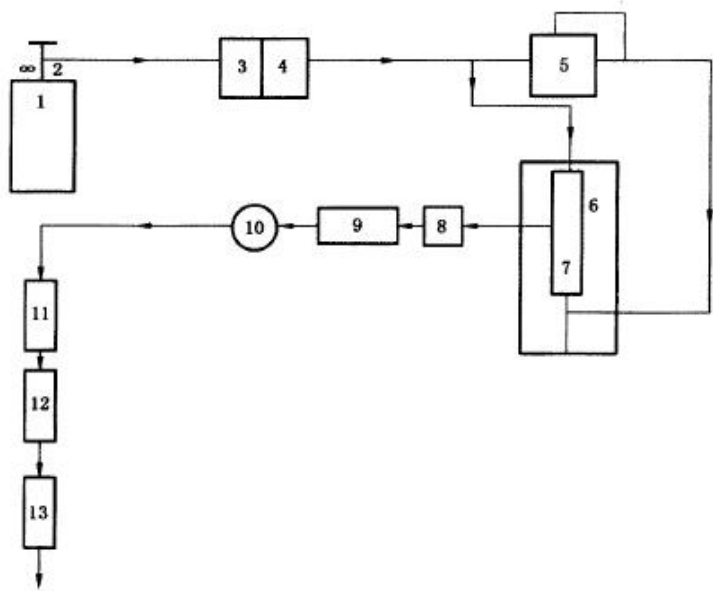
6.6 动力气源，氮气或压缩空气，其杂质（水和油）含量小于0.5 %。

7 仪器设备

7.1 红外吸收定碳硫仪（灵敏度为 0.1ppm），其装置连接如图 1。

7.1.1 洗气瓶，内装碱石棉（6.2）。

7.1.2 干燥管，内装高氯酸镁（6.1）。



- 标引序号说明：
- 1 —— 氧气瓶；
 - 2 —— 两级压力调节器；
 - 3 —— 洗气瓶；
 - 4, 9 —— 干燥管；
 - 5 —— 压力调节器；
 - 6 —— 高频感应炉；
 - 7 —— 燃烧管；
 - 8 —— 除尘器；
 - 10 —— 流量控制器；
 - 11 —— 一氧化碳转化为二氧化碳的转化器；
 - 12 —— 除硫器；
 - 13 —— 二氧化碳红外检测器。

图 1 红外吸收定碳硫仪装置连接图

7.2 瓷坩埚

Φ23mm×23mm或Φ25mm×25mm，并在高于1200 ℃的高温加热炉中灼烧4 h或通氧灼烧至空白值为最低。

7.3 电子天平

电子天平应符合GB/T 26497规定的显示分度值不大于0.1 mg，准确度等级不低于Ⅲ级。

8 样品

按照 GB/T 6678 的要求采取和制备，试样应全部通过0.125 mm筛孔。

9 试验步骤

9.1 分析准备

按仪器使用说明书调试检查仪器，使仪器处于正常稳定状态，并选用最佳分析条件。

9.2 试料量

称取试料0.4000 g。

9.3 空白试验

随同试样做空白试验测定，重复测定3次以上，取最小的三次测定结果，计算平均值并输入到仪器中，在测定试样时仪器会自动扣除空白值。

9.4 校准曲线的绘制

根据待测试样的含碳量及含硫量，选择相应的量程或通道，并选择最少三个同类型有证标准物质（待测试样含量应落在所选有证标准物质含量的范围内）依次进行校正，以确认系统的线性。校正后测得有证标准物质的结果波动应在允许差范围内。

9.5 测定

将试料（9.2）置于预先盛有1.80 g 钨粒（6.4）的瓷坩埚（7.2）中，进行分析测定，由校准曲线查得分析结果。

10 试验数据处理

分析结果以质量分数表示。同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于允许差，则取算数平均值作为分析结果。当两次独立分析结果差值的绝对值大于允许差，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的要求修约至小数点后两位。

11 允许差

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值应不大于表1规定的允许差。

表1 允许差

碳/硫含量	允许差
0.0005%~0.001%	0.0003%
>0.001%~0.005%	0.0005%
>0.005%~0.020%	0.001%
>0.020%~0.050%	0.002%
>0.050%~0.100%	0.005%
>0.100%~0.200%	0.010%

12 试验报告

试验报告应包括但不限于下列内容：

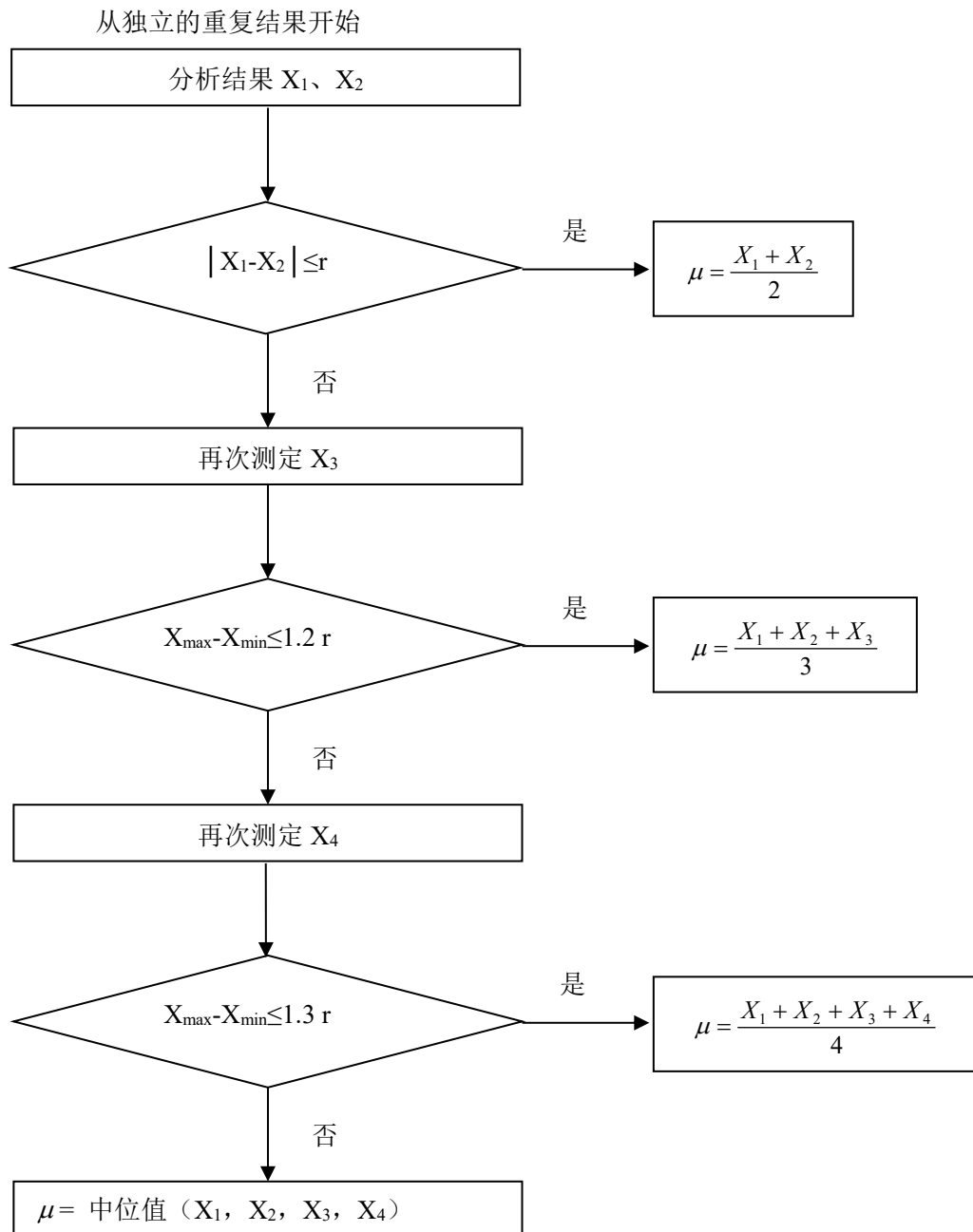
- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本文件编号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 结果的测定次数；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A

(规范性)

试样分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受流程图如图A.1所示。



标引符号说明：

X_{max}——独立测定结果的最大值；

X_{min}——独立测定结果的最小值。

图 A.1 试样分析值接受程序流程图