

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.12—20XX

焙烧钼精矿化学分析方法
第12部分：碳、硫含量的测定
高频燃烧红外吸收法

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—
Part 12: Determination of carbon and sulfur contents —
High frequency combustion infrared absorption method

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

前 言

本部分按照 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。

本文件是YS/T XXXX《焙烧钼精矿化学分析方法》的第12部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

- 第1部分：钼含量的测定 钼酸铅重量法；
- 第2部分：氨不溶钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第3部分：铋含量的测定 火焰原子吸收光谱法和原子荧光光谱法；
- 第4部分：锡含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第5部分：铈含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第6部分：铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第8部分：钙、镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第9部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第10部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第11部分：钨含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第12部分：碳、硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：金堆城钼业股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、酒泉钢铁（集团）有限责任公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司。

本文件主要起草人：谢明明、杨蒙、柴玉青、杨红忠、贺鑫、刘延波、王长华、付鹏飞、贾国斌、李雪、姚洪霞、康开斌、马振元、牛佳丽。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

引 言

焙烧钼精矿，又名工业氧化钼、钼焙砂。焙烧钼精矿不仅是添加于合金的主要钼产品，而且是制取钼铁和生产钼酸铵的原料，属于国家战略储备物资。但国内外仍缺少焙烧钼精矿的检验标准，因此通过实验研究并建立一套完整且切实可行的焙烧钼精矿化学分析方法标准已是行业急需。本文件拟由十二部分组成。

- 第1部分：钼含量的测定，目的在于建立重量法测定焙烧钼精矿中钼含量的方法；
- 第2部分：氨不溶钼含量的测定，目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中氨不溶钼含量的方法；
- 第3部分：铋含量的测定，目的在于建立火焰原子吸收光谱法和原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中铋含量的方法；
- 第4部分：锡含量的测定，目的在于建立原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中锡含量的方法；
- 第5部分：锑含量的测定，目的在于建立原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中锑含量的方法；
- 第6部分：铅、铜含量的测定，目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中铅、铜含量的方法；
- 第7部分：钾含量的测定，目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中钾含量的方法；
- 第8部分：钙、镁含量的测定，目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中钙、镁含量的方法；
- 第9部分：磷含量的测定，目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中磷含量的方法；
- 第10部分：硅含量的测定，目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中硅含量的方法；
- 第11部分：钨含量的测定，目的在于建立电感耦合等离子体法测定焙烧钼精矿中钨含量的方法；
- 第12部分：碳、硫含量的测定，目的在于建立高频燃烧红外吸收法测定焙烧钼精矿中碳、硫含量的方法。

本文件填补了国内外在焙烧钼精矿检验领域的空白，对完善焙烧钼精矿的检验方法具有积极的指导意义。

焙烧钼精矿化学分析方法

第12部分：碳、硫含量的测定

高频燃烧红外吸收法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作经验。本文件并未指出所有的安全问题。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

本文件规定了焙烧钼精矿中碳、硫含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中碳、硫含量的测定。碳的测定范围为0.0050%~0.10%，硫的测定范围为0.050%~0.30%。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

在坩埚中加入纯铁助熔剂，加入试料，用锡助熔剂和钨助熔剂覆盖样品，在纯氧环境下试料经过高温燃烧后，试料中不同物态的碳、硫元素变成二氧化碳和二氧化硫气体溢出，随气流进入红外探测器测得强度，经时间积分计算峰面积，根据标准曲线计算碳、硫含量。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及分析纯以上的试剂。

5.1 纯铁助熔剂 ($w_{\text{Fe}} \geq 99.8\%$, $w_{\text{C}} \leq 0.0005\%$, $w_{\text{S}} \leq 0.0005\%$, 粒度不大于1.25 mm)。

5.2 钨助熔剂 ($w_{\text{C}} \leq 0.0008\%$, $w_{\text{S}} \leq 0.0005\%$, 粒度不大于1.4 mm)。

5.3 锡助熔剂 ($w_{\text{C}} \leq 0.0008\%$, $w_{\text{S}} \leq 0.0005\%$, 粒度不大于1.4 mm)。

5.4 碳、硫有证标准物质（与待测试料碳、硫含量相近）。

5.5 高氯酸镁(无水，粒状或片状)。

5.6 烧碱石棉(粒状)。

5.7 石英棉。

5.8 三氧化硫吸收剂。

- 5.9 坩埚钳。
- 5.10 陶瓷坩埚：使用前应在高温炉中于800℃~1100℃高温灼烧4 h~8 h，或通氧灼烧至空白值为最低，冷却后保存在干燥器中备用。
- 5.11 碳、硫质量控制样品。
- 5.12 氧气：体积分数不小于99.95%。

6 仪器设备

红外碳硫仪。

7 样品

样品应粉碎并通过0.090 mm标准筛网，并在105℃~110℃烘至恒重。

8 试验步骤

8.1 仪器预热

仪器使用前，在气体过滤管中装入干燥剂高氯酸镁（5.5）（或仪器附带的干燥剂）和二氧化碳吸收剂烧碱石棉（5.6）（或仪器附带的吸收剂），过滤管两端用石英棉（5.7）封堵，连接气路调整氧气（5.12）供气压力检查气路通畅无漏点。分析测试前要充分预热，调试检查仪器，使仪器处于正常稳定状态。

8.2 仪器检漏

利用仪器检漏程序或其他辅助设备确定仪器无漏气现象。

8.3 空白试验

称取0.50 g纯铁助熔剂（5.1）置于陶瓷坩埚内，覆盖0.80 g钨助熔剂（5.2）和0.20 g锡助熔剂（5.3），钳取坩埚置于炉台座上，重复测定至空白值稳定，三次测定结果的极差不大于0.0003%，取其平均值作为仪器空白值。

8.4 仪器校准

8.4.1 称取0.50 g与待测试料碳含量或硫含量相近的碳、硫有证标准物质（5.4），精确至0.0001g。

8.4.2 置于已预先盛有0.50 g纯铁助熔剂（5.1）的陶瓷坩埚内，覆盖0.80 g钨助熔剂（5.2）和0.20 g锡助熔剂（5.3），钳取坩埚置于炉台座上，开始分析，仪器自动计算结果。

8.4.3 标准物质的测定不确定度或允许偏差应符合标准物质证书的要求，平行测定3次，计算碳或硫含量的平均值，进行系统校正。再称取一份碳、硫有证标准物质（5.4）或碳、硫质量控制样品（5.11）进行分析，以确认系统处于正常稳定状态。

8.6 样品测定

称取0.50 g样品，精确至0.0001 g，按8.4.2操作。平行做两份试验，取其平均值。结果保留两位有效数字。按GB/T 8170的规定修约。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 1 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 (r)，超过重复性限 (r) 情况不超过 5%。重复性限 (r) 按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表 1 重复性限

$w_c/\%$	0.0061	0.0091	0.023	0.073	0.11
$r/\%$	0.0006	0.0011	0.003	0.004	0.01
$w_s/\%$	0.069	0.088	0.19	0.30	—
$r/\%$	0.002	0.003	0.01	0.02	—

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 2 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 (R)，超过再现性限 (R) 情况不超过 5%。再现性限 (R) 按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

$w_c/\%$	0.0061	0.0091	0.023	0.073	0.11
$R/\%$	0.0011	0.0015	0.005	0.008	0.01
$w_s/\%$	0.069	0.088	0.19	0.30	—
$R/\%$	0.009	0.010	0.02	0.02	—

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- a) 试验对象；
- b) 本文件编号；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 观察到的异常现象；
- e) 试验日期。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2021 年由 4 家实验室对碳 5 个、硫 4 个不同水平含量的样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的碳、硫含量在重复性条件下独立测定 11 次，测量的原始数据见表 A. 1、A. 2。

表 A. 1 碳精密度试验原始数据

水平数	实验室	$w_c/\%$ (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.0063	0.0062	0.0062	0.0063	0.0063	0.0065	0.0063	0.0063	0.0062	0.0061	0.0063
	2	0.0059	0.0059	0.0059	0.0059	0.0059	0.0059	0.0059	0.0059	0.0059	0.0059	0.0059
	3	0.0061	0.0064	0.0062	0.0062	0.0063	0.0060	0.0060	0.0063	0.0065	0.0062	0.0060
2	1	0.0098	0.0090	0.0091	0.0100	0.0093	0.0098	0.0095	0.0095	0.0098	0.0093	0.0098
	2	0.0093	0.0090	0.0091	0.0095	0.0093	0.0092	0.0091	0.0091	0.0090	0.0093	0.0092
	3	0.0096	0.0098	0.0093	0.0092	0.0094	0.0096	0.0094	0.0092	0.0093	0.0095	0.0093
3	1	0.024	0.022	0.024	0.024	0.026	0.025	0.025	0.023	0.023	0.024	0.024
	2	0.025	0.024	0.024	0.024	0.025	0.026	0.026	0.024	0.025	0.025	0.026
	3	0.021	0.021	0.023	0.020	0.021	0.022	0.021	0.022	0.021	0.022	0.024
	4	0.023	0.022	0.023	0.022	0.022	0.023	0.024	0.023	0.024	0.022	0.023
4	1	0.076	0.078	0.078	0.078	0.081	0.072	0.077	0.078	0.077	0.078	0.078
	2	0.071	0.071	0.073	0.072	0.072	0.071	0.072	0.071	0.070	0.072	0.074
	3	0.073	0.071	0.072	0.072	0.071	0.072	0.071	0.071	0.071	0.072	0.073
	4	0.073	0.075	0.074	0.073	0.072	0.072	0.073	0.073	0.072	0.074	0.073
5	1	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11
	2	0.10	0.10	0.10	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.10	0.11
	3	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.10	0.11	0.11	0.10
	4	0.10	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.10	0.10	0.10	0.11

表 A.2 硫精密度试验原始数据

水平数	实验室	$w_s/\%$ (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.068	0.069	0.067	0.068	0.067	0.067	0.067	0.068	0.069	0.068	0.068
	2	0.071	0.073	0.073	0.072	0.072	0.071	0.072	0.071	0.073	0.072	0.074
	3	0.068	0.066	0.065	0.067	0.065	0.066	0.067	0.068	0.068	0.066	0.067
2	1	0.089	0.088	0.089	0.088	0.090	0.089	0.088	0.089	0.089	0.090	0.090
	2	0.085	0.084	0.086	0.085	0.085	0.083	0.085	0.084	0.084	0.086	0.084
	3	0.090	0.091	0.093	0.091	0.092	0.094	0.089	0.092	0.092	0.091	0.089
3	1	0.18	0.19	0.19	0.19	0.17	0.19	0.19	0.19	0.18	0.19	0.19
	2	0.18	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.20	0.19	0.19	0.19	0.19
	3	0.19	0.20	0.20	0.20	0.20	0.19	0.20	0.20	0.20	0.19	0.19
4	1	0.30	0.30	0.30	0.31	0.31	0.30	0.31	0.30	0.30	0.31	0.31
	2	0.30	0.33	0.29	0.30	0.31	0.31	0.29	0.30	0.31	0.29	0.30
	3	0.30	0.30	0.31	0.30	0.30	0.30	0.31	0.30	0.30	0.30	0.31