

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 Determination of carbon content and sulfur content
— High frequency combustion-infrared absorption method

(讨论稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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》的规定起草。

本文件是 YS/T ××××《焙烧钼精矿化学分析方法》的第1部分。YS/T ××××拟分为如下部分：

- 第1部分：钼量的测定；
- 第2部分：氨不溶钼量的测定；
- 第3部分：铋量的测定；
- 第4部分：锡量的测定；
- 第5部分：铈量的测定；
- 第6部分：铅、铜量的测定；
- 第7部分：钾量的测定；
- 第8部分：钙、镁量的测定；
- 第9部分：磷量的测定；
- 第10部分：硅量的测定；
- 第11部分：钨量的测定；
- 第12部分：碳、硫量的测定。

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、酒泉钢铁有限责任公司、洛阳钼业集团股份有限公司、XXXX、XXX。

本文件主要起草人：杨 XXX、XXX。

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，而且是生产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。本标准拟由十二部分组成。

——第 1 部分：钼量的测定；目的在于建立重量法测定焙烧钼精矿中钼量的方法。

——第 2 部分：氨不溶钼量的测定。目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中氨不溶钼量的方法。

——第 3 部分：铋量的测定。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量的方法。

——第 4 部分：锡量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中锡量的方法。

——第 5 部分：锑量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中锑量的方法。

——第 6 部分：铅、铜量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中铅、铜量的方法。

——第 7 部分：钾量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中钾量的方法。

——第 8 部分：钙、镁量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中钙、镁量的方法。

——第 9 部分：磷量的测定。目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中磷量的方法。

——第 10 部分：硅量的测定。目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中硅量的方法。

——第 11 部分：钨量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体原子发射光谱法测定焙烧钼精矿中钨量的方法。

——第 12 部分：碳、硫量的测定。目的在于建立高频燃烧红外吸收法测定焙烧钼精矿中碳、硫量的方法。

本标准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生产产业链，提高焙烧钼精矿的生产能力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

高频红外吸收法

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。测定范围：碳0.001%~0.100%，硫0.001%~0.300%。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

在坩埚中先加入纯铁助熔剂，加入试样，依次用锡粒和钨粒覆盖样品，在纯氧环境下样品经过高温燃烧后，样品中不同物态的碳、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吸光度，吸收经时间积分计算峰面积，通过标准曲线换算为碳、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 $\leq 1.25\text{mm}$ 。

5.2 钨助熔剂： $w_{\text{C}} \leq 0.0008\%$ ， $w_{\text{S}} \leq 0.0005\%$ ，粒度 $\leq 1.4\text{mm}$ 。

5.3 锡助熔剂： $w_{\text{C}} \leq 0.0008\%$ ， $w_{\text{S}} \leq 0.0005\%$ ，粒度 $\leq 1.4\text{mm}$ 。

5.4 碳、硫标准物质。

5.5 载气：氧气，纯度大于99.95%。

5.6 高氯酸镁：无水，粒状或片状。

5.7 烧碱石棉：粒状。

5.8 石英棉。

5.9 三氧化硫吸收剂。

YS/T ××××. 12—20××

5.10 坩埚钳。

5.11 陶瓷坩埚：使用前应在高温炉中高于1100℃高温灼烧8小时或通氧灼烧至空白值为最低，冷却后保存在干燥器中备用。

6 仪器设备

6.1 红外碳硫仪，氧气瓶和调压器。

6.2 天平：分度值 0.1mg。

7 样品

试样粒度小于 0.100mm。

8 分析步骤

8.1 仪器预热

仪器分析前要充分预热，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。

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

依次称取 0.50g 纯铁助熔剂（5.1）、0.80g 钨助熔剂（5.2）和 0.20g 锡助熔剂（5.3）置于坩埚（5.11）内，钳取坩埚置于炉台座上，按仪器说明书操作，开始分析并读取结果，重复测定至空白值稳定。

8.4 仪器校准

称取与待测试料含碳量和硫量相近的同类型标准物质（5.4）至少三份，置于预先盛有 0.50g 纯铁助熔剂（5.1）的坩埚（5.11）内，覆盖 0.80g 钨助熔剂（5.2）和 0.20g 锡助熔剂（5.3），钳取坩埚置于炉台座上，按仪器说明书操作，依次进行分析，测得结果的波动应在允许误差范围内，作单点曲线校正后，再称取一个标准物质（5.4）分析，以确认系统处于正常稳定状态。

8.5 试样分析

8.5.1 试料

称取 0.50g 试料，精确至 0.0001g。

8.5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

8.5.3 测定

将称取的试料置于预先盛有 0.50g 纯铁助熔剂（5.1）的坩埚（5.11）内，覆盖 0.80g 钨助熔剂（5.2）和 0.20g 锡助熔剂（5.3），钳取坩埚置于炉台座上，开始分析并读取结果，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 2 给出的平均值范围内，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 2 数据采用

线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

碳的质量分数/%	0.0023	0.0064	0.022	0.025	0.029	0.050
r/%	0.0005	0.0007	0.0025	0.0023	0.0473	0.0024
硫的质量分数/%	0.0433	0.0506	0.0580	0.0637	0.0803	0.0946
r/%	0.0026	0.0031	0.0031	0.0024	0.0031	0.0032

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 3 给出的平均值范围内，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%。

表 3 再现性限

w _C /%	0.0023	0.0064	0.022	0.025	0.029	0.050
R/%	0.0009	0.0022	0.0095	0.0077	0.1056	0.0163
W _S /%	0.0433	0.0506	0.0580	0.0637	0.0803	0.0946
R/%	0.014	0.101	0.01	0.02	0.02	0.03

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。