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

编

制

说

明

（讨论稿）

金堆城钼业股份有限公司

2021 年 11 月

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

编制说明

一、工作简况

1.1 任务来源

1.1 根据 2020 年 7 月 22 日，工业和信息化部办公厅《关于印发 2020 年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函〔2020〕181 号）的要求，行业标准《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》制定项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划编号：2020-0712T-YS，项目周期为 24 个月，由金堆城钼业股份有限公司牵头起草，该标准计划完成年限 2022 年。

1.2 项目编制组单位变化情况

根据标准编制工作任务量，重新调整了编制组单位构成，具体为：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等单位。

1.3 主要参加单位和工作组成员及其所作的工作

1.3.1 主要参加单位情况

本文件主要起草单位和单位分工见表 1。

表 1 起草单位及所做工作

起草单位	所做工作	
金堆城钼业股份有限公司	起草负责单位	调研现阶段检测需求和国内外检测方法现状，制定研究方案；完成试验样品的搜集和分发；完成分析方法研究工作；撰写标准文件、研究报告和编制说明；完成数据分析统计工作；广泛征求国内同行试验室及相关企业意见。
国标（北京）检验认证有限公司	第一验证单位	对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行验证；提供试验样品的精密度数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出相应的修改建议。

酒泉钢铁有限责任公司、洛阳钼业集团股份有限公司	第二验证单位	提供试验样品的精密度数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出相应的修改建议。

1.3.2 主要工作成员所负责的工作情况

标准主编单位金堆城钼业股份有限公司在标准预研过程中，积极主动收集国内外测定钼产品中铋含量的方法，分析对比，结合检测中心的测试方法。标准立项后，积极召集行业内相关单位参与标准的制定工作。标准编制过程中，从公司钼炉料产品部及其他单位收集样品，从检测中心召集经验丰富的分析测试工程师、取制样技术员，对本标准进行充分的试验论证。编制标准文本、试验报告及标准编制说明，对收集的意见进行汇总处理。

本文件主要起草人和工作成员分工见表 2。

表 2 起草人及所做工作

起草人	所做工作
XXX	标准工作整体协调和推进；标准起草前期调研、样品搜集；试验方案的确定；标准文件、研究报告和编制说明编写。重复性验证试验；修改标准文件、研究报告和编制说明。
XXX	标准制定过程中对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行了验证。同时，提供了试验样品的精密度数据，对标准文件、研究报告和编制说明提出了相应的修改建议。
XXX	对试验样品进行测试，提供比对试验数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出修改建议。

1.4 主要工作过程

金堆城钼业股份有限公司在接到标准制订任务后，成立了标准编制组，并召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

1.4.1 起草阶段

（1）2020 年 7 月，接到工业和信息化部办公厅《关于印发 2020 年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函〔2020〕181 号）文件通知。

（2）2020 年 11 月，在桐乡召开的 2020 年度有色金属标准化技术委员会年会上，有色标委会稀有分会进行了任务落实会议，会议要求由金堆城钼业股份有限公司牵头，负责承担行业标准《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》的标准制定工作；会议明确由国标(北京)检验认证有限公司为第一验证单位、酒泉钢铁有限责任公司、洛阳钼业集团股份有限公司为第二验证单位，共同参与标准制定工作。

（3）2020 年 12 月，组建起草小组：撰写开题报告，落实课题组长及课题成员的任务，确定标准编

审原则。

（4）2021 年 5 月，完成相应分析方法样品的收集和相关研究工作，形成讨论稿、研究报告、征求意见表等，交国标(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，并连同验证样品一起分别寄往各验证单位。

（5）2021 年 10 月，陆续收到各验证单位的研究报告及反馈意见，对参与验证单位的意见和建议进行汇总处理，对讨论稿进行修改，完善实验报告，撰写编制说明。

（6）2021 年 11 月，参加全国稀有金属标准化技术委员会在 XXX 召开的标准讨论会；会上国标（北京）检验认证有限公司、XXX 对本标准（讨论稿）提出了修改意见。

（7）XXX 会议结束之后，标准编制组根据讨论结果，对讨论稿进行进一步的修改完善，形成了征求意见稿。

1.4.2 征求意见阶段

编制组通过发函、中国有色金属标准质量信息网上公开和会议等形式对《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》征求意见稿征询意见。

二、标准化文件编制原则

2.1 符合性：该标准按照 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》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行了编写。

2.2 合理性：反映当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置。

2.3 先进性：本文件涉及的内容，技术水平不低于当前国内先进水平。

三、标准化文件主要内容的确定依据

本文件是首次制定，并且在充分调研了生产的实际水平后完成的。

3.1 碳、硫元素测定范围的确定

在确定本标准中碳、硫元素含量测定范围时，依据产品标准 GB/T 24482—2009《焙烧钼精矿》。焙烧钼精矿产品中的碳、硫含量范围为：C≤0.10%、S 0.10%～0.300%，结合检测工作曲线线性范围的实际情况，最终确定出本文件中碳、硫元素含量的测定范围为：碳 0.001%~0.100%，硫 0.001%~0.300%。

3.2 称样量的选择

通过查阅相关国家标准，本方法将称样量定为 0.50g，精确至 0.0001g。

3.3 助熔剂的选择

碳硫分析用助熔剂主要有钨粒，钨锡，锡粒等，碳硫分析用助熔剂主要有钨粒，锡粒，锡粒容易启燃但热量低，钨粒不易启燃，但是在燃烧过程产生较高的热量。氧化钼在高频磁场中感应性较弱，本方法选用的助熔剂为钨粒、锡粒助熔剂，加入纯铁助熔剂以增加感应耦合，使氧化钼中的碳、硫元素在高温富氧状态下分解，生成二氧化碳和二氧化硫。。

纯铁助熔剂的加入量对检测结果有直接影响，本实验分别对加入 0.1g、0.3g、0.5g、0.7g 纯铁助熔剂做实验，检测结果如表 1 所示，由实验数据可知，加入 0.1g 纯铁助熔剂碳硫释放不完成，检测数据明显偏低，在检测过程中 0.1g 坩埚内灰粉较大。加入 0.3g 与 0.5g 纯铁助熔剂，检测结果相比较，0.3g 检测过程中试样喷溅比 0.5g 小，精密度也会比加 0.5g 纯铁的好，但坩埚底部熔融物虽呈凹状，却无光泽，且结果总体均要偏低。加入 0.7g 纯铁助熔剂，容易在测试时出现坩埚内熔体的飞溅现象，飞溅的熔体会烧损密封橡胶圈，导致漏气，影响测试结果。根据实验结果，本方法采用加入 0.5g 纯铁助熔剂。

表 3 氧化钼中不同纯铁助熔剂加入量实验

纯铁	碳含量（%）	硫含量（%）	碳均值及标准偏差(%)	硫均值及标准偏差(%)
0.1g	0.01329 0.00961 0.00754 0.00718 0.00699 0.01122 0.0108 0.00882 0.00728	0.04694 0.04838 0.04664 0.04699 0.04844 0.04746 0.04764 0.04635 0.04658	R=0.009192 S_r=0.00221	R=0.047269 S_r=0.000765
0.3g	0.00984 0.00874 0.01072 0.00900 0.01275 0.01144 0.00777 0.00771 0.00791	0.04949 0.05206 0.05205 0.05204 0.04888 0.04518 0.04923 0.04888 0.04693	R=0.009542 S_r=0.001784	R=0.049416 S_r=0.002386
0.5g	0.008389 0.010126 0.009136 0.010918 0.012745 0.008263 0.011566 0.00937 0.008209	0.050441 0.048137 0.052754 0.046562 0.052745 0.049892 0.050207 0.049892 0.052736	R=0.009858 S_r=0.001606	R=0.050079 S_r=0.002092
0.7g	0.00904 0.01102 0.01174 0.0093 0.01014 0.00801 0.00821 0.01305 0.00807	＜0.0005	R=0.009842 S_r=0.001784	——

3.4 钨锡加入量的选择

本实验分别对加入 0.5g、1.0g、1.5g 钨锡助燃剂做实验，钨锡比例为 2：8，实验结果如表 2 所示。根据实验结果，本方法采用加入 1.0g 钨锡助燃剂。

表 4 氧化钼中不同钨锡加入量实验

钨锡	碳含量（%）	硫含量（%）	碳均值及标准偏差(%)	硫均值及标准偏差(%)
0.5g	0.00999 0.01300 0.00851 0.00951 0.00990 0.01000	0.05100 0.04700 0.04976 0.04467 0.05107 0.05040	R=0.01015 S_r=0.00151	R=0.04898 S_r=0.00259
1.0g	0.00970 0.00990 0.00930 0.01010 0.00993 0.01202	0.05000 0.05131 0.05107 0.04832 0.04969 0.04770	R=0.01016 S_r=0.000952	R=0.04968 S_r=0.00145
1.5g	0.00982 0.01174 0.00869 0.00977 0.00989 0.01121	0.05159 0.04999 0.05150 0.04679 0.05146 0.04986	R=0.01019 S_r=0.00110	R=0.05020 S_r=0.00184

3.5 标准物质的选择

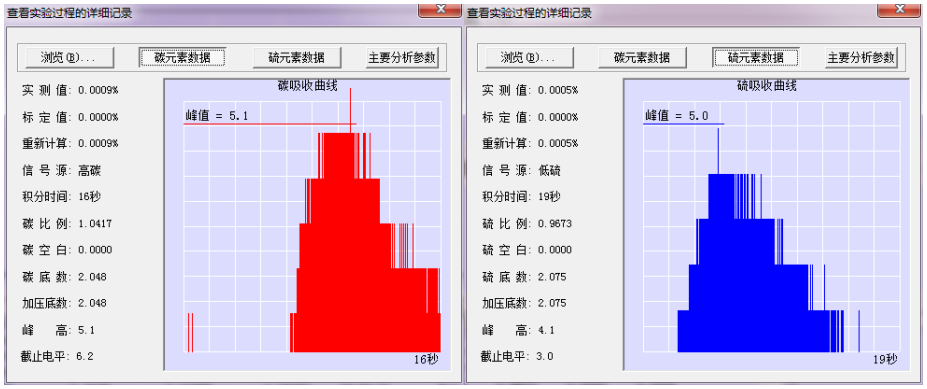
标准物质的分析对试料的检测结果的准确度有很大影响，首先，设备性能的稳定性需要由标准物质的精密度加以判定，而标准物质的准确度又影响试料的检测结果，根据焙烧钼精矿产品标准合格线：焙

烧钼精矿产品碳硫合格线均为 0.100%，焙烧钼精矿高溶产品碳合格线为 0.100%，硫合格线为 0.300%，选择碳含量范围在 0.05-0.1%，同时硫含量范围在 0.05~0.300%的国家标准物质或有证标准物质的钢标和国家标准中心生产的钼铁标样以及相关行标与实验室内控样。一般采用标准物质中碳硫含量略高于试料中的碳硫含量。

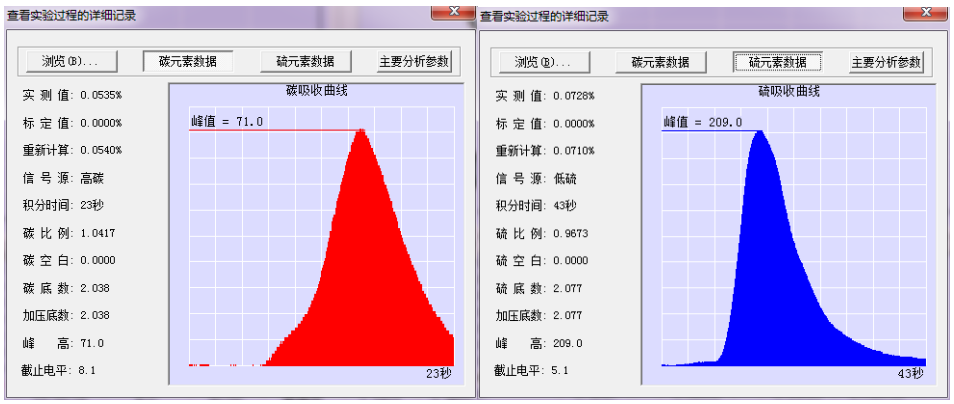
3.6 称样量实验

称样量越大，燃烧生成的二氧化碳和二氧化硫越多，单次测量时间越长，并且随着称样量的增大，助熔剂燃烧后越不容易与样品形成均一的熔体，样品中碳、硫元素不能充分转化为溢出的被测气体，导致积分曲线分部异常，并且产生严重拖尾现象，影响测量。样品称样量也是影响分析结果的因素之一，称样量越低，测试空白值越大；称样量越大，燃烧生成的二氧化碳和二氧化硫越多，单次测量时间越长，同时更多的样品在燃烧过程中产生大量粉尘，容易堵塞气体过滤网，轻则造成积分曲线不规则，重则导致设备报错，影响测量。实验结果显示，称样量超过 1g 时频繁报错，积分曲线不规则，测试结果异常；称样量为 0.2~0.3g 时，测试空白值较高，根据实验综合对比，最终将样品称样量定为 0.5g，空白值较低同时可以得到理想的积分曲线。

3.7 其他相关条件设置如下



上图为测定空白时的碳硫积分图，下图为测定标准样品时碳硫积分图



从图中可以看出，氧化钼样品测定所得吸光度对时间积分图，15s-50s 的积分区间可以满足大部分样品的分析要求。

表 5 碳硫分析参数

吹扫时间	30 秒
最短积分时间	15 秒
最长积分时间	50 秒

3.8 坩埚盖实验

红外碳硫仪分析用坩埚有配套的坩埚盖，盖子与坩埚同直径，盖子中心有气孔，若盖上坩埚盖，分析时氧枪通过气孔将氧气吹向燃烧的样品，由于盖子的存在燃烧产生的飞溅火星能被盖子全部挡住，并且盖子的存在能够减少燃烧产生的粉尘向外逸散，故而分析测试时盖上坩埚盖能减轻粉尘对气路的影响，改善设备运行状态。但在对比实验中发现，与不盖盖子相比，盖上坩埚盖后，通过观察测量结束后的坩埚，发现熔体表面不光滑且存在裂口，样品燃烧不充分，测量结果与不盖盖子相比显著偏低。故本实验选择不使用坩埚盖。

3.9 准确性实验

为了进一步验证该前处理方法的准确性，选择工业氧化钼标准样品 YSS104-2020 作为实验样品，将本方法测定的标准样品值与标准样品定值结果进行比对，结果见表 6、表 7。

表 6 标准样品碳测定结果

标准样品名称	YSS104-2020-1	YSS104-2020-2	YSS104-2020-3	YSS104-2020-4
理论值/%	0.0019±0.0002	0.0060±0.0008	0.0087±0.0018	0.023±0.002
测定平均值/%	0.0021	0.0065	0.0099	0.023

表 7 标准样品硫测定结果

标准样品名称	YSS104-2020-1	YSS104-2020-2	YSS104-2020-3	YSS104-2020-4
理论值/%	0.062±0.002	0.071±0.005	0.045±0.001	0.084±0.004
测定平均值/%	0.0021	0.0065	0.0099	0.023

3.10 精密度实验

按照测定方法，测定 6 个焙烧钼精矿样品中碳、硫含量见表 8、表 9.

表 8 碳精密度数据

试样编号	测定结果（%）	平均值（%）	标准偏差	RSD（%）
1#	0.0023 0.0023 0.0021 0.0023 0.002 0.0019 0.0019 0.0023 0.0021 0.0021 0.0019	0.0021	0.00017	8.06
2#	0.0066 0.0064 0.0064 0.0073 0.0067 0.007 0.0068 0.0068 0.0066 0.0066 0.0064	0.0067	0.00028	4.13
3#	0.0098 0.009 0.0091 0.010 0.0093 0.0098 0.0095 0.0095 0.0098 0.0093 0.0098	0.010	0.00033	3.45
4#	0.021 0.024 0.024 0.023 0.023 0.023 0.023 0.022 0.022 0.023 0.023	0.023	0.00087	3.83
5#	0.018 0.018 0.018 0.018 0.019 0.019 0.017 0.019 0.018 0.019 0.018	0.018	0.00065	3.54
6#	0.0533 0.0538 0.0536 0.0535 0.0535 0.0535 0.0536 0.0537 0.053 0.0535 0.0536	0.0536	0.00013	0.2

表 9 硫精密度数据

试样编号	测定结果(%)	平均值(%)	标准偏差	RSD(%)
1#	0.062 0.061 0.061 0.062 0.061 0.063 0.060 0.060 0.062 0.060 0.062	0.061	0.0010	1.65
2#	0.071 0.071 0.074 0.072 0.070 0.071 0.073 0.071 0.072 0.071 0.071	0.072	0.0011	1.58
3#	0.048 0.046 0.046 0.049 0.047 0.048 0.047 0.048 0.046 0.046 0.047	0.047	0.0010	2.22
4#	0.085 0.081 0.084 0.083 0.084 0.086 0.082 0.083 0.084 0.084 0.085	0.084	0.00087	1.70
5#	0.068 0.069 0.067 0.068 0.067 0.067 0.067 0.068 0.069 0.068 0.068	0.068	0.00075	1.11
6#	0.098 0.097 0.098 0.097 0.099 0.098 0.097 0.098 0.098 0.099 0.099	0.098	0.000775	0.79

3.11 方法的检出限和测定下限

检出限：以连续测定 11 次空白值的 3 倍标准偏差计算检出限。

测定下限：以连续测定 11 次空白值标准偏差 10 倍对应的浓度值作为分析方法测定下限。

表 10 碳检出限及测定下限试验

材料	测定值(%)	平均值(%)	标准偏差	检出限(%)	测定下限(%)
坩埚，纯铁，钨锡	0.0002 0.0005 0.0005 0.0006 0.0007 0.0004 0.0006 0.0005 0.0006 0.0007 0.0006	0.0005	0.00014	0.00043	0.0014

表 11 硫检出限及测定下限试验

材料	测定值(%)	平均值(%)	标准偏差	检出限(%)	测定下限(%)
坩埚，纯铁，钨锡	0.0006 0.0006 0.0005 0.0006 0.0007 0.0006 0.0004 0.0007 0.0004 0.0006 0.0005	0.0006	0.00010	0.00031	0.0010

从表 9、表 10 结果可知，坩埚、纯铁、钨锡中碳硫空白值低且稳定，测定下限能满足方法中测定下限的要求。

3.12 主要实验（或验证）的分析、综述报告

在完成相关条件试验后，各参编单位按照 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》中关于精密度的要求，对 6 个水平样品中碳、硫元素的含量进行了测定。在汇总数据后，金堆城钼业股份有限公司按照 GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》，对三家参编单位的试验验证数据进行统计计算，并结合线性内插或外延法，得出不同含量梯度的重复性限和再现性限。

表 12 焙烧钼精矿中碳含量数据结果统计

试验单位	金堆城钼业股份有限公司	国标(北京)检验认证有限公司	酒泉钢铁有限公司
	起草	一验	二验

碳水平 1	0.0021	0.0022	0.0026
	8.1	5.3	9.3
碳水平 2	0.007	0.006	0.007
	4.1	4.0	2.9
碳水平 3	0.010	0.068	0.010
	0.0003	3.5	42.5
碳水平 4	0.023	0.028	0.024
	3.8	3.2	2.7
碳水平 5	0.018	0.025	0.022
	3.5	3.2	5.2
碳水平 6	0.054	0.054	0.044
	0.2	2.0	2.2

表 13 焙烧钼精矿中硫含量数据结果统计

试验单位		金堆城钼业股份有限公司	国标(北京)检验认证有限公司	酒泉钢铁有限公司
		起草	一验	二验
硫水平 1	x	0.0613	0.0527	0.0601
	RSD	1.6	1.9	2.2
硫水平 2	x	0.072	0.010	0.071
	RSD	1.6	5.8	2.0
硫水平 3	x	0.047	0.038	0.045
	RSD	0.0010	2.2	1.9
硫水平 4	x	0.084	0.072	0.085
	RSD	1.7	1.4	1.0
硫水平 5	x	0.0678	0.0568	0.0666
	RSD	1.1	1.0	1.7
硫水平 6	x	0.098	0.085	0.101
	RSD	0.79	1.07	1.54

3.13 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 14、表 15 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 14、表 15 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 14 碳重复性限

w_C%	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

表 15 硫重复性限

w_S%	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

3.14 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 16、表 17 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%。再现性限（*R*）按表 16、表 17 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 16 碳再现性限

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

表 17 硫再现性限

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

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

5.1 标准的必要性

焙烧钼精矿又称三氧化钼或工业氧化钼，泛指钼精矿焙烧的焙砂。将钼精矿在 630℃～700℃下进行氧化焙烧，便使硫化钼转化为工业三氧化钼。近年来，随着焙烧钼精矿产业不断发展，伴随加工产品要求的不断提高及产品出口量的日益增加，国内外客户对焙烧钼精矿产品中的钼含量及杂质元素的要求越来越高。而焙烧精矿产品没有化学分析方法国家标准，只能参照采用钼精矿化学分析方法或双方认可的方法进行，其化学分析方法严重滞后于生产贸易的需求。为了适应市场的发展变化及应对可能出现的国外贸易壁垒，满足焙烧钼精矿国家标准中主含量钼及杂质元素的控制要求的需要，特提出制定焙烧钼精矿化学分析方法标准，该系列标准检测技术先进、实用，采用了许多高新仪器分析方法、覆盖现有的大部分检测技术，包括火焰原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、高频燃烧红外吸收法及光度法等。使焙烧钼精矿国家标准分析方法与国际先进水平接轨，有利于保证分析结果的一致性，提高进出口贸易中产品技术指标的互信度，并对焙烧钼精矿的生产、研制、使用等有极其重要的意义。

焙烧钼精矿主要用于炼钢、钼化工、陶瓷等领域。近几年国内各大钢铁企业普遍采用相对经济适用焙烧钼精矿（块）作为炼钢添加剂。但是，没有与之配套的化学分析方法国家标准，造成质量异议频繁发生，给生产和用户带来许多不便，金钼股份通过与太钢、武钢、宝钢等企业技术交流，联合研制了该产品的化学分析方法。况且，我国大多实验室拥有了许多高新的分析仪器,涵盖了现有的大部分检测技术，包括电感耦合等离子体质谱法、电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、石墨炉原子吸收光谱法、高频燃烧红外吸收法、惰气熔融红外吸收法-热导法及光度法等。检测结果准确度高、可靠、操作实用性强、分析速度更快，能够较好地满足有色金属工业快速发展对产品测定的要求。本标准能够建立一套可靠的分析方法，准确测定焙烧钼精矿产品中的主元素和杂质元素的含量，为焙烧钼精矿产品的质量控制及其产品交易提供可靠的依据。对提高钼产品生产企业生产效率、保证贸易结算的准确性起到了非常重要的作用，具有显著的社会效益及经济效益。

国外尚无测定焙烧钼精矿化学分析的标准方法。

5.2 标准的预期作用

本文件充分考虑了我国焙烧钼精矿生产企业和使用加工企业的生产工艺技术水平。本文件颁布执行后，有利于生产采用统一的分析方法开展产品质量检验工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

6.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经查，国外无相同类型的国际标准。

6.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经查，国外无相同类型的国际标准。

6.3 与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。
本文件与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议该标准为行业标准，供相关组织参考采用。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本文件规范了焙烧钼精矿中碳、硫元素含量的测定，有利用整个行业分析水平的提升。本文件发布执行后，建议标准主管单位积极向生产厂家及国内外用户推广。

十一、废止现行有关标准的建议

本文件为新制定文件，无废止其它标准的建议。

十二、其他应予说明的事项

无。

《焙烧钼精矿化学分析方法》编写组

2021 年 11 月