

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

(送审稿)

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12部分。YS/T ××××分为如下部分：

- 第1部分：钼含量的测定；
- 第2部分：氨不溶钼含量的测定；
- 第3部分：铋含量的测定；
- 第4部分：锡含量的测定；
- 第5部分：锑含量的测定；
- 第6部分：铅、铜含量的测定；
- 第7部分：钾含量的测定；
- 第8部分：钙、镁含量的测定；
- 第9部分：磷含量的测定；
- 第10部分：硅含量的测定；
- 第11部分：钨含量的测定；
- 第12部分：碳、硫含量的测定。

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：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原子发射光谱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

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。测定范围：碳0.005%~0.1%，硫0.005%~0.3%。

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，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，吸光度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 ($w_{Fe} \geq 99.8\%$, $w_C \leq 0.0005\%$, $w_S \leq 0.0005\%$, 粒度不大于1.25 mm)。
- 5.2 钨助熔剂 ($w_C \leq 0.0008\%$, $w_S \leq 0.0005\%$, 粒度不大于1.4 mm)。
- 5.3 锡助熔剂 ($w_C \leq 0.0008\%$, $w_S \leq 0.0005\%$, 粒度不大于1.4 mm)。
- 5.4 碳、硫有证标准物质。
- 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高于1100 °C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。
- 5.11 氧气：纯度大于99.95%。

6 仪器设备

- 6.1 红外碳硫仪，氧气瓶和调压器。

6.2 电子天平, 精确至 0.1 mg。

7 样品

应粉碎并通过 0.090 mm 标准筛网, 并在 105 °C~110 °C 烘至恒重。

8 分析步骤

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 (5.11) 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

依次称取 0.50 g 纯铁助熔剂 (5.1)、0.80 g 钨助熔剂 (5.2) 和 0.20 g 锡助熔剂 (5.3) 置于坩埚 (5.10) 内, 钳取坩埚置于炉台座上, 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 0.50 g 纯铁助熔剂 (5.1) 的坩埚 (5.10) 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, 依次进行分析并记录结果, 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 0.50 g 试料, 精确至 0.0001 g。

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 (8.5.1) 置于预先盛有 0.50 g 纯铁助熔剂 (5.1) 的坩埚 (5.10) 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, 开始分析并读取结果。

结果保留两位有效数字。按 GB/T 8170 的规则修约。

9 精密度

9.1 重复性

精密度数据是由 4 家实验室对碳 5 个、硫 7 个不同水平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。精密度试验原始数据见附录 A。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

$w_c/\%$	0.0023	0.0092	0.025	0.073	0.11
$r/\%$	0.0005	0.0015	0.002	0.004	0.01
$w_s/\%$	0.042	0.063	0.090	0.16	0.30

$r/\%$	0.003	0.002	0.003	0.011	0.020
--------	-------	-------	-------	-------	-------

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	0.0092	0.025	0.073	0.11
$R/\%$	0.0009	0.0025	0.008	0.008	0.01
$W_s/\%$	0.042	0.063	0.090	0.16	0.30
$R/\%$	0.015	0.016	0.031	0.011	0.020

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) 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 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 7 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	n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.0023	0.0023	0.0021	0.0023	0.002	0.0019	0.0019	0.0023	0.0021	0.0021	0.0019
	2	0.0022	0.0022	0.0022	0.0022	0.0021	0.0024	0.0021	0.0024	0.0022	0.0021	0.0022
	3	0.0027	0.0023	0.0025	0.0026	0.0027	0.0022	0.003	0.0025	0.0024	0.0029	0.0026
2	1	0.0098	0.009	0.0091	0.01	0.0093	0.0098	0.0095	0.0095	0.0098	0.0093	0.0098
	2	0.0098	0.0080	0.0081	0.0079	0.0097	0.0083	0.0083	0.0077	0.0079	0.0086	0.0082
	3	0.0096	0.0098	0.01	0.0101	0.0094	0.0096	0.0094	0.0092	0.0103	0.0105	0.0098
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	n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.062	0.061	0.061	0.062	0.061	0.063	0.060	0.060	0.062	0.060	0.062
	2	0.051	0.053	0.053	0.053	0.053	0.054	0.052	0.053	0.053	0.053	0.051
	3	0.061	0.059	0.060	0.058	0.062	0.062	0.059	0.061	0.060	0.059	0.060
	4	0.052	0.054	0.051	0.052	0.049	0.050	0.051	0.053	0.050	0.052	0.050
2	1	0.048	0.046	0.046	0.049	0.047	0.048	0.047	0.048	0.046	0.046	0.047
	2	0.038	0.039	0.038	0.037	0.039	0.038	0.039	0.037	0.039	0.038	0.037
	3	0.044	0.045	0.045	0.045	0.047	0.045	0.044	0.045	0.045	0.045	0.043
	4	0.037	0.035	0.036	0.037	0.037	0.036	0.036	0.037	0.035	0.036	0.037
3	1	0.085	0.081	0.084	0.083	0.084	0.086	0.082	0.083	0.084	0.084	0.085
	2	0.071	0.073	0.073	0.072	0.072	0.071	0.072	0.071	0.073	0.072	0.074
	3	0.086	0.084	0.086	0.085	0.085	0.086	0.084	0.085	0.086	0.084	0.085
	4	0.068	0.067	0.066	0.067	0.067	0.066	0.067	0.066	0.067	0.067	0.066
4	1	0.068	0.069	0.067	0.068	0.067	0.067	0.067	0.068	0.069	0.068	0.068
	2	0.057	0.056	0.057	0.057	0.057	0.056	0.057	0.057	0.057	0.057	0.057
	3	0.068	0.066	0.065	0.067	0.065	0.066	0.067	0.068	0.068	0.066	0.067
	4	0.060	0.059	0.059	0.059	0.059	0.060	0.060	0.060	0.058	0.058	0.061
5	1	0.098	0.097	0.098	0.097	0.099	0.098	0.097	0.098	0.098	0.099	0.099
	2	0.085	0.084	0.086	0.085	0.085	0.083	0.085	0.084	0.084	0.086	0.084
	3	0.100	0.101	0.103	0.101	0.102	0.104	0.099	0.102	0.102	0.101	0.099
	4	0.078	0.078	0.079	0.078	0.077	0.076	0.078	0.077	0.078	0.078	0.079
6	1	0.18	0.19	0.19	0.19	0.17	0.19	0.19	0.19	0.18	0.19	0.19
	2	0.14	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.16	0.15	0.15	0.15	0.15
	3	0.19	0.20	0.20	0.20	0.20	0.19	0.20	0.20	0.20	0.19	0.19
	4	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.12	0.12	0.12	0.13	0.12	0.13
7	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
	4	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.15	0.16	0.16