



中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.21—2013

代替 GB/T 4325.23—1984, GB/T 4325.27—1984

钼化学分析方法 第 21 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 21: Determination of carbon content and sulfur content—
High frequency combustion-infrared absorption method

2013-05-09 发布

2014-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 4325《钨化学分析方法》分为 26 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 6 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 第 20 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 22 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法；
- 第 24 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 26 部分：铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 21 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4325.23—1984《钨化学分析方法 燃烧-电导法测定硫量》和 GB/T 4325.27—1984《钨化学分析方法 燃烧-库仑滴定法测定碳量》。本部分与 GB/T 4325.23—1984 及 GB/T 4325.27—1984 比较，主要技术变化如下：

- 将燃烧-电导法测定硫量与燃烧-库仑滴定法测定碳量进行了合并；
- 将燃烧-库仑滴定法与燃烧-电导法改为高频燃烧红外吸收法联测；
- 增加了重复性条款；
- 增加了试验报告。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

GB/T 4325.21—2013

本部分起草单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：田永红、陈凤群、许琼洁、徐晓艳、姜求韬、肖红新、庄艾春、王津。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.23—1984、GB/T 4325.27—1984。

钼化学分析方法

第 21 部分:碳量和硫量的测定

高频燃烧红外吸收法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中碳量与硫量的测定。

本部分适用于钼粉、钼条、三氧化钼及钼酸铵中碳量、硫量的测定。测定范围:碳:0.000 5%~0.30%;硫:0.000 5%~0.30%。

2 方法提要

试样于高频感应炉的氧气气流中加热燃烧,生成二氧化碳和二氧化硫,由氧气载至红外线分析器的检测室,二氧化碳和二氧化硫分别吸收某特定波长的红外能,其吸收能与碳和硫的浓度成正比,根据检测器接受能量的变化测得碳量和硫量。

3 试剂和材料

- 3.1 纯铁助熔剂: $w_{Fe} \geq 99.8\%$, $w_C \leq 0.000 5\%$, $w_S \leq 0.000 5\%$, 粒度 ≤ 1.25 mm。
- 3.2 钨锡助熔剂: $w_C \leq 0.001 0\%$, $w_S \leq 0.000 3\%$, 粒度 ≤ 1.4 mm。
- 3.3 碳、硫标准物质(或标准样品):与待测试样含碳量和硫量相近的同类物质。
- 3.4 氧气:体积分数不小于 99.95%。
- 3.5 高氯酸镁:无水,粒状或片状。
- 3.6 烧碱石棉:粒状。
- 3.7 石英棉。
- 3.8 三氧化硫吸收剂。
- 3.9 镀铂硅胶:粒状。
- 3.10 坩埚钳。
- 3.11 陶瓷坩埚:使用前应在高温炉中高于 1 100 °C 高温灼烧 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。

4 仪器及设备

- 4.1 红外线检测系统:包括高频感应炉、进气净化试剂管、检测气催化剂加热器、三氧化硫吸收管、红外线检测器、电脑及软件控制系统。
- 4.2 氧气瓶和调压器。
- 4.3 天平:分度值 0.1 mg。

5 试样

钼烧结制品的试样经过机械加工成屑状,加工过程中应除去表皮并防止污染。必要时用丙酮清洗。