

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 710.3—2009

氧化钴化学分析方法 第3部分：硫量的测定 高频燃烧红外吸收法

Method for chemical analysis of cobalt oxide—
Part 3: Determination of sulphur content—
High frequency combustion-infrared absorption method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



前 言

YS/T 710《氧化钴化学分析方法》共分为 6 个部分：

- 第 1 部分：钴量的测定 电位滴定法；
- 第 2 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 4 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 6 部分：钙、镉、铜、铁、镁、锰、镍、铅和锌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 710 的第 3 部分。

本部分代替 YS/T 256—2000《氧化钴》附录 C。与 YS/T 256—2000《氧化钴》附录 C 相比，本部分主要有如下变动：

- 用对高频燃烧红外吸收法替代示波极谱法；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分参加起草单位：长沙矿冶研究院、浙江华友钴业股份有限公司。

本部分主要起草人：龙玉瑜、蔡军、张志勇、杨林、黄晓婷、朱震清、谢柏华。

氧化钴化学分析方法

第3部分:硫量的测定

高频燃烧红外吸收法

1 范围

YS/T 710 的本部分规定了氧化钴中硫量的测定方法。

本部分适用于氧化钴中硫量的测定。测定范围:0.005 0%~0.100%。

2 方法提要

在助熔剂存在下,在高频感应炉内通入氧气流,使试料在高温下燃烧,硫生成二氧化硫气体进入红外吸收池,仪器自动测量其对红外能的吸收后,计算并显示结果。

3 试剂和材料

3.1 净化剂

3.1.1 无水过氧化钙。

3.1.2 脱脂棉。

3.2 助熔剂

3.2.1 低硫锡、钨:锡+钨(0.2 g+1.5 g)。

3.2.2 低硫锡、铁:锡+铁(0.20 g+0.40 g),纯铁含硫量应 ≤ 0.001 0%。

3.2.3 钨粒。

3.3 坩埚

陶瓷坩埚(24 mm×24 mm),使用前应在 $>1\ 100$ °C高温炉中灼烧2 h,取出置于干燥器内冷却备用(两天内有效)。

3.4 标准钢样

3.4.1 标准钢样:含硫量0.005 0%~0.10%。

3.4.2 标准钢样或纯铁标样:含硫量 ≤ 0.001 0%。

4 仪器

高频红外碳硫分析仪。

表1 仪器参考工作条件

氧气纯度	氧气压力/MPa	氧气流量 L/min	分析气流量 L/min	载氧阀压力 MPa	吹氧时间/s	分析时间/s
高纯氧	0.2~0.25	2.0	4.0	0.08	15	35

5 分析步骤

5.1 仪器准备

按仪器推荐条件准备好仪器待用。

5.2 仪器的稳定性

5.2.1 通过燃烧几个类似于待测试样的样品来调整和稳定仪器。

5.2.2 仪器通氧循环几次,再将空白调至零。

5.3 校正仪器

5.3.1 称取 0.400 g 标准钢样(3.4.1)置于坩埚(3.3)中,加入助熔剂(3.2.1)。

5.3.2 将坩埚放到炉子的支座上,升到燃烧的位置,按仪器说明书中“自动”校准步骤进行操作,反复做 3~5 个标准钢样,通过“自动”校准步骤,直到硫的结果稳定在误差范围内为止。

注:选择标准钢样时,含硫量应大于被测试样含硫量。

5.4 校正空白

5.4.1 称取 0.400 g 纯铁标样(3.4.2)置于坩埚(3.3)中,加入助熔剂(3.2.1)。助熔剂加入量要求严格控制一致,以减少误差。

5.4.2 将坩埚放到炉子的支座上,升到燃烧位置,按仪器说明书中“自动”校正空白步骤进行操作,重复做 3~5 个标样,得到一个重现性较好的平均结果。通过“自动”校准空白的方式扣除纯铁标样中硫的百分含量,得到的空白值贮存于计算机中(空白值应 $\leq 0.0015\%$)。

5.4.3 按 5.3 重复一次标准钢样的测定,测定结果应稳定在误差范围内,再选择一个与被测试样含硫量相当的标样复验。

5.5 测定

5.5.1 称取 0.100 0 g 试样置于预先加入助熔剂(3.2.2)的坩埚(3.3)中,再加入 1.50 g 钨粒(3.2.3)。

5.5.2 将坩埚放到炉子的支座上,升到燃烧位置,按仪器说明书中“自动”分析步骤进行操作,仪器自动扣除空白值后显示并打印出硫的质量分数。

6 精密度

6.1 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,在以下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)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2 重复性限

$w_s/\%$	0.007 9	0.030	0.056	0.112
$r/\%$	0.000 9	0.003 0	0.004 3	0.005 6
注:重复性限(r)为 $2.8s_r$, s_r 为重复性标准差。				

6.2 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,在以下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)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得:

表 3 再现性限

$w_s/\%$	0.007 9	0.030	0.056	0.112
$R/\%$	0.001 5	0.004 0	0.006 1	0.007 8
注:再现性限(R)为 $2.8s_R$, s_R 为再现性标准差。				

7 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
氧化钴化学分析方法
第 3 部分:硫量的测定
高频燃烧红外吸收法
YS/T 710.3—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

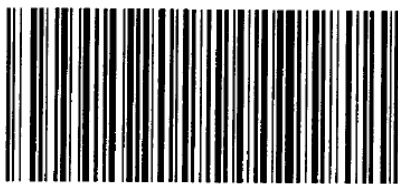
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 5 千字
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 2-20576 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



YS/T 710.3—2009