

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 281.13—2011
代替 YS/T 281.13—1994
YS/T 281.14—1994

钴化学分析方法 第 13 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法

Methods for chemical analysis of cobalt—
Part 13: Determination of sulphur content—
Infra-red absorption method after high
frequency induction furnace combustion

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 281《钴化学分析方法》共分为如下 20 个部分：

- 第 1 部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 4 部分：砷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 5 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 6 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分：铜、锰量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分：砷、锑、铋、锡、铅量的测定 电热原子吸收光谱法
- 第 13 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 14 部分：碳量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 15 部分：砷、锑、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 16 部分：砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、锑、硅、锰、铁、镍、铝、镁量的测定 直流电弧原子发射光谱法
- 第 17 部分：铝、锰、镍、铜、锌、镉、锡、锑、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法
- 第 18 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 19 部分：钙、镁、锰、铁、镉、锌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 20 部分：氧量的测定 脉冲-红外吸收法

本部分为 YS/T 281 的第 13 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 281.13—1994《钴化学分析方法 蒸馏-示波极谱法测定硫量》和 YS/T 281.14—1994《钴化学分析方法 高频感应炉燃烧红外吸收法测定硫量》。与 YS/T 281.13—1994 和 YS/T 281.14—1994 相比，本部分主要有如下变动：

- 测定方法统一为高频感应炉燃烧红外吸收法；
- 分析下限由原来的 0.002% 扩展至 0.000 50%；
- 对文本格式进行了修改，补充了质量保证和控制条款，增加了重复性限和再现性限；
- 补充了对试验报告的要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本标准负责起草单位：金川集团有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分负责起草单位：北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位：北京有色金属研究总院、金川集团有限公司、深圳市格林美高新技术股份有限公司。

本部分主要起草人：冯先进、阮桂色、徐晓燕、周海收、陈然、吕庆成、李雪梅、闫梨、王勤。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 281.13—1994, YS/T 281.14—1994。

钴化学分析方法

第 13 部分:硫量的测定

高频感应炉燃烧红外吸收法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。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

本部分规定了钴中硫含量的测定方法。

本部分适用于钴中硫含量的测定。测定范围:0.000 50%~0.050%。

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 净化剂和催化剂。

3.1.1 无水过氯酸镁。

3.1.2 烧碱石棉。

3.1.3 玻璃棉。

3.1.4 脱脂棉。

3.1.5 镀铂硅胶。

3.2 助熔剂:低硫钨、锡、铁:W+Sn+Fe=2 g+(0.2~0.25)g+0.5 g。

注:纯铁含硫量应<0.000 5%。

3.3 坩埚:陶瓷坩埚(直径 24 mm×24 mm),使用前应在大于 1 100 °C 氧气流中灼烧 1 h~1.5 h,取出置于干燥器内冷却备用(两天内有效)。

3.4 标准样品

3.4.1 使用与被测样品含量相近的钴标准样品。如没有钴标准样品,也可用钢标准样品代替。

3.4.2 钴标准样品或钢标准样品或纯铁标准样品:含硫量约 0.000 5%。

4 仪器及工作条件

高频红外气体分析仪(附电子交流稳压器)。

——高频炉功率:1.0 kW~2.5 kW。

——频率:>6.0 MHz。

——检测器灵敏度:≤1 μg/g。

5 分析步骤

5.1 仪器准备

按仪器说明书准备好仪器待用。

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试料来调整和稳定仪器。

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 0.500 g 标准样品(3.4.1)置于坩埚(3.3)中,加入助熔剂(3.2)。

5.3.2 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”校准步骤进行操作,反复做 2~3 个标准样品,通过“自动”校准步骤,直到硫的结果稳定在不确定度范围内为止。

5.4 校正空白

5.4.1 称取 0.500 g 标准样品(3.4.2)置于坩埚(3.3)中,加入助熔剂(3.2)。

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 个钢标准样品,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钢标准样品中硫的百分含量,得到的空白值储存于计算机中(空白值应 $\leq 0.000\ 5\%$)。

5.5 测定

5.5.1 称取 0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。试样置于坩埚(3.3)中,加入助熔剂(3.2)。

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,所得结果保留两位有效数字。

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 1 数据采用线性内插法求得:

表 1 重复性限

$w_s/\%$	0.000 3	0.005 7	0.061
$r/\%$	0.000 2	0.000 9	0.008

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 2 数据采用线性内插法求得:

表 2 再现性限

$w_s/\%$	0.000 3	0.005 7	0.061
$R/\%$	0.000 3	0.001 1	0.010

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过程的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

8 试验报告

- 试样;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。

YS/T 281.13—2011	YS/T 281.13—2011	YS/T 281.13—2011	YS/T 281.13—2011
YS/T 281.13—2011	YS/T 281.13—2011	YS/T 281.13—2011	YS/T 281.13—2011

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
钴化学分析方法
第 13 部分:硫量的测定
高频感应炉燃烧红外吸收法
YS/T 281.13—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

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 7 千字
2012 年 8 月第一版 2012 年 8 月第一次印刷

*

书号: 155066·2-23875 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)68510107



YS/T 281.13-2011

打印日期: 2012年8月23日 F007