



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4363—2015

## 铜精矿中硫含量的测定 高频 燃烧红外吸收法

Determination of sulfur content in copper concentrate—High frequency  
combustion with infrared absorption method

2015-12-04 发布

2016-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：刘子健、万双、蒋家玲、李先和、姜世明、李明哲、顾兆杰、陈小清、宁国栋、郭飞飞。

# 铜精矿中硫含量的测定 高频 燃烧红外吸收法

## 1 范围

本标准规定了高频燃烧红外吸收法测定铜精矿中硫含量的方法。

本标准适用于铜精矿中硫含量的测定,其测定范围为:1.00%~40.00%。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 14263 散装浮选铜精矿取样、制样方法

## 3 原理

试样在助熔剂和氧气流下,于高频感应炉中加热燃烧,生成的二氧化硫载入红外线检测器。根据被测气体吸收特定波长的红外线光能变化测出硫的含量。

## 4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。

- 4.1 高氯酸镁:无水。
- 4.2 烧碱石棉:粒状。
- 4.3 钨粒:S含量 $\leq 0.000\ 5\%$ ,粒度为0.4 mm~1.0 mm。
- 4.4 锡粒:S含量 $\leq 0.000\ 5\%$ ,粒度0.4 mm~1.2 mm。
- 4.5 五氧化二钒:硫含量小于0.000 5%。
- 4.6 硫酸钾:含量大于99.9%,在105℃干燥2 h,干燥器中冷却。
- 4.7 氧气:纯度 $>99.95\%$ 。
- 4.8 动气气源:氮气或压缩空气,氮气纯度 $\geq 99.5\%$ 。
- 4.9 锡管:容量0.3 mL,直径5 mm,长17 mm。
- 4.10 纤维棉。
- 4.11 铜精矿有证标准物质。
- 4.12 陶瓷坩埚:具有精确的装配尺寸,适合于支撑柱,使其能在感应线圈内提升到准确高度。使用前在不低于1 300℃的马弗炉中灼烧4 h,冷却后保存在干燥器中。

## 5 设备

### 5.1 红外碳硫分析仪

- 5.1.1 洗气瓶:内装烧碱石棉(4.2)。

5.1.2 干燥管:内装高氯酸镁(4.1)。

## 5.2 气源

5.2.1 载气系统:包括氧气容器、两级压力调节器以及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

5.2.2 动力气源系统:包括动力气、两级压力调节器以及能提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

## 5.3 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

## 5.4 电子天平

感量 0.000 1 g。

## 5.5 马弗炉

最高使用温度不低于 1 400 ℃。

## 6 试样制备

按照 GB/T 14263 进行取样和制样。试样粒度不大于 0.082 mm。在 105 ℃±5 ℃下干燥试样至恒量,置于干燥器中冷却至室温备用。

## 7 分析步骤

**警告:**在分析过程中,应及时将燃烧试样时产生的气体排出实验室外。

### 7.1 试料

称取 0.040 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 7.2 仪器准备

7.2.1 测量试样前,检查调试仪器,保证仪器处于正常稳定的工作状态,确定最佳的分析条件。

7.2.2 做空白试验,按 7.4 不加试料进行 3 次试验,取其平均值作为空白校正。

### 7.3 硫标准工作曲线的制定

#### 7.3.1 硫标准系列的配制

按表 1 准确称取硫酸钾(4.6),加入铺有 0.3 g 五氧化二钒(4.5)坩埚内,放入 1 只锡管(4.9)或加入 0.2 g 锡粒(4.4),再覆盖 0.15 g 五氧化二钒(4.5)和 1.4 g 钨粒(4.3)作为硫的标准系列。

表 1 硫标准系列

| 编号  | 硫酸钾质量/g | 硫含量/mg | 样品中硫含量(质量分数)/% |
|-----|---------|--------|----------------|
| SS0 | 0.000 0 | 0.0    | 0.00           |
| SS1 | 0.010 9 | 2.0    | 5.00           |
| SS2 | 0.021 8 | 4.0    | 10.00          |
| SS3 | 0.032 6 | 6.0    | 15.00          |
| SS4 | 0.043 5 | 8.0    | 20.00          |
| SS5 | 0.054 4 | 10.0   | 25.00          |
| SS6 | 0.065 3 | 12.0   | 30.00          |
| SS7 | 0.076 1 | 14.0   | 35.00          |
| SS8 | 0.087 0 | 16.0   | 40.00          |

7.3.2 工作曲线的绘制

按照试样的测定方法将表 1 中的标准系列进行测定,计算机自动生成工作曲线,检查相关系数是否满足要求。

7.3.3 校准

根据待测试样的硫含量,选择 2 个铜精矿有证标准物质依次测定,测量结果在允许误差范围内,确认工作曲线有效,否则,应重新绘制工作曲线。

7.4 测定

将试料(7.1)置于灼烧过并铺有 0.3 g 五氧化二钒(4.5)的坩埚内,放入 1 只锡管或加入 0.2 g 锡粒(4.4),再覆盖 0.15 g 五氧化二钒(4.5)和 1.4 g 钨粒(4.3)。按照仪器设置的工作条件进行测定。

7.5 分析结果的计算

由计算机自动给出硫的质量分数(%),保留到小数点后两位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在以下给出的平均值范围内,两个测定结果的绝对差值不超过重复性限(*r*),重复性限(*r*)按表 2 中数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

|                    |      |       |       |       |
|--------------------|------|-------|-------|-------|
| 硫的质量分数/%           | 6.37 | 14.12 | 22.89 | 38.49 |
| 重复性限( <i>r</i> )/% | 0.10 | 0.12  | 0.15  | 0.18  |

SN/T 4363—2015

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在以下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( $R$ ),再现性限( $R$ )按表 3 中数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

|               |      |       |       |       |
|---------------|------|-------|-------|-------|
| 硫的质量分数/%      | 6.37 | 14.12 | 22.89 | 38.49 |
| 再现性限( $R$ )/% | 0.19 | 0.46  | 0.85  | 0.74  |