



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4366—2015

金矿石中硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法

Determination of sulfur content in gold ore—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：中华人民共和国新疆出入境检验检疫局、广东出入境检验检疫局、甘肃出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王琳琳、吕新明、田延河、周明辉、郑红文、王东、宁海龙、王伟。

金矿石中硫含量的测定 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金矿石中硫的含量。

本标准适用于进出口金矿石中硫含量的测定,测定范围为 0.10%~15.00%。

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 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

3 方法提要

试样用纯铁、纯钨和纯锡作助熔剂,在氧气气流中燃烧,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能变化测出硫的含量。

4 仪器

4.1 高频红外碳硫仪。

4.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

5 试剂与材料

5.1 陶瓷坩埚:在 1 300 °C 马弗炉中灼烧 4 h,冷却后保存在干燥器中备用。

5.2 纯铁助熔剂:纯度>99.9%,S 含量<0.000 5%。

5.3 锡助熔剂:纯度>99.95%,S 含量<0.000 3%。

5.4 钨助熔剂:L 型,S 含量<0.000 3%。

5.5 金矿石有证标准物质。

5.6 氧气:纯度>99.5%。

5.7 动力气源:氮气或压缩空气,氮气纯度>99.5%。

6 试样制备

按照 GB/T 2007.1 的规定取样和制样。试样粒度不大于 0.147 mm,并在 60 °C 烘箱内烘 4 h 后置于干燥器内冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试样量

按表 1 称取试样,精确至 0.1 mg。独立进行两次测定,结果取其算术平均值。

表 1 推荐称取试样量

硫含量/%	0.1~1	1~10	10~15
称样量/mg	500~200	200~100	100~50

7.2 仪器准备

检查调试仪器,确保仪器处于正常稳定的工作状态,选择最佳分析条件。

7.3 空白试验

按照试样分析方法(7.5),顺序添加 0.3 g 的纯铁助熔剂(5.2),0.1 g 锡助熔剂(5.3),1 g 钨助熔剂(5.4)。反复进行空白试验,至空白值稳定为止,并进行空白校正。

7.4 校正试验

根据待测试样的含硫量,选相应的量程及通道,并选三个与被测试样基质相近的金矿石有证标准物质(5.5) (有证标准物质硫含量应与待测试样的硫含量匹配)依次进行系统校正,确认系统的线性。校正后测定的有证标准物质的结果波动均应在其允许误差范围内。

7.5 试样分析

将试料置于盛有 0.3 g 纯铁助熔剂(5.2)和 0.1 g 锡(5.3)的陶瓷坩埚(5.1)中,再覆盖 1 g 钨粒(5.4),按照仪器设置条件进行测定。

8 结果计算与表述

根据红外吸收能与硫的浓度关系,从校准曲线上得出硫的质量分数(%)。结果保留至小数点后两位。

9 精密度

金矿石中硫含量测定结果的重复性限和再现性限如表 2 规定。

表 2 方法精密度

元素	质量分数范围/%	重复性限 r /%	再现性限 R /%
S	0.10~1.00	0.01	0.02
	1.00~10.00	0.17	0.22
	10.00~15.00	0.34	0.45