



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3598—2013

硫铁矿中硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法

Determination of sulfur content in pyrites ore—
High frequency combustion with infrared absorption method

2013-08-30 发布

2014-03-01 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 给出的规则进行起草。

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：中华人民共和国珠海出入境检验检疫局、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：陈小清、陈朝方、伍利兵、徐泽、廖佳、彭彬、刘健、罗玉玮、曹乃斌、刘子健。

硫铁矿中硫含量的测定

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硫铁矿中硫含量的方法。

本标准适用于天然硫铁矿、硫精矿中硫含量的测定,其测定范围为 10.00%~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 2460 硫铁矿和硫精矿 采取与样品制备方法

3 方法提要

试样于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成的二氧化硫由氧气流载至红外线测量池,二氧化硫吸收特定波长的红外线,其吸收能与二氧化硫的浓度成正比,根据检测器接受能量的变化可测得相应的硫含量。

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,粒度为 0.7 mm~1.2 mm。
- 4.2 烧碱石棉:粒状。
- 4.3 钨粒:硫含量小于 0.01%。
- 4.4 锡粒:硫含量小于 0.01%。
- 4.5 纯铁助熔剂:硫含量小于 0.001%。
- 4.6 硫酸钾:含量大于 99.9%,在 105 °C 干燥 1 h,干燥器中冷却。
- 4.7 氧气:纯度大于 99.5%。
- 4.8 动力气源:氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于 0.05%。

5 设备

- 5.1 高频感应红外碳硫分析仪。
- 5.2 陶瓷坩埚:碳硫专用陶瓷坩埚。使用前在高温炉(1 100 °C)富氧氛围下灼烧 2 h,然后保存在干燥器中。
- 5.3 分析天平:感量 0.1 mg。
- 5.4 高温炉:最高使用温度为 1 100 °C。

6 试样的制备

按照 GB/T 2460 进行取样,并制备成粒度小于 150 μm 的分析试样。试样于 100 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量,置于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.05 g 试样,准确至 0.000 2 g。

7.2 测定次数

称取两份试料进行平行测定,结果取其平均值。

7.3 分析前仪器准备

7.3.1 按厂家仪器使用说明书开启并预热仪器,使其处于稳定状态,并按仪器推荐的分析工作条件设定技术参数。

7.3.2 应先选择 2~3 个与分析试样相似的样品进行测定,使仪器处于稳定状态。

7.3.3 做空白试验,按 7.5 不加试料进行试验,应至少进行 3 次,取其平均值作为空白校正。

7.4 硫标准系列的配制

7.4.1 硫标准系列制备及测定

按表 1 准确称取硫酸钾(4.6),置于已铺有 0.9 g 纯铁助熔剂(4.5)的陶瓷坩埚(5.2)中,加 0.2 g 锡粒(4.4),再覆盖 0.4 g 纯铁助熔剂(4.5)和 1.5 g 的钨粒(4.3),作为硫的标准系列。按硫含量由低到高的顺序用红外碳、硫分析仪(5.1)测定其吸收能。

表 1 硫标准系列及其含量

硫标准编号	硫酸钾质量/g	硫含量/mg	样品中硫含量(质量分数)/%
S0	0.000 0	0.0	0.00
S1	0.027 2	5.0	10.00
S2	0.040 8	7.5	15.00
S3	0.054 4	10.0	20.00
S4	0.067 9	12.5	25.00
S5	0.081 5	15.0	30.00
S6	0.095 1	17.5	35.00
S7	0.108 7	20.0	40.00

7.4.2 硫标准曲线的建立

标准系列的各硫信号积分值减去空白值(也可利用仪器空白扣除技术自动扣除空白值)得到硫吸收能值,绘制这些吸收能与对应硫量的校准曲线。建立校准曲线后,根据待测试样的硫含量,用适当标准

样进行系统线性调节,检查校准后的线性关系,如必要,还可进一步校准工作曲线。

7.5 试料分析

将试料(7.1)置于已铺有 0.9 g 纯铁助熔剂(4.5)的陶瓷坩埚(5.2)中,加 0.2 g 锡粒(4.4),再覆盖 0.4 g 纯铁助熔剂(4.5)和 1.5 g 的钨粒(4.3)用红外碳、硫分析仪(5.1)测定其吸收能。

8 结果计算

根据吸收能与硫的浓度关系,从校准曲线上得出样品中硫的含量,以质量分数(%)表示,计算结果保留到小数点后两位。

9 精密度

在重复性条件下或再现性条件下进行精密度试验,结果见表 2。

表 2 精密度 %

水平范围(质量分数)	10.00~40.00
重复性 r	$r=0.012\ 6m+0.057$
再现性 R	$R=0.014\ 1m+0.054$