

# T/CNIA

## 中国有色金属工业协会标准

T/CNIA ××××.7-202×

---

### 钨钼铋锡多金属矿化学分析方法 第7部分：硫含量的测定 高频红外吸收法

Methods for chemical analysis of tungsten molybdenum bismuth tin  
polymetallic ores—

Part 7: Determination of sulfur content—

High frequency infrared absorption method

(草案)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

---

中国有色金属工业协会  
有色金属标准化技术委员会 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 T/CNIA XXXX《钨钼铋锡多金属矿化学分析方法》的第7部分，T/CNIA XXXX 已经发布了以下部分：

- 第1部分：钨含量的测定 分光光度法；
- 第2部分：钼含量的测定 分光光度法；
- 第3部分：铋和锡含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第4部分：氟化钙含量的测定 滴定法；
- 第5部分：碳酸盐含量的测定 滴定法；
- 第6部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第7部分：硫含量的测定 高频红外吸收法；
- 第8部分：多元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

## 引 言

钨钼铋锡多金属伴生矿在我国分布广泛，资源综合利用较多，常用来生产钨精矿、钼精矿、铁精矿、硫精矿、铋精矿、萤石精矿等。生产和贸易都需要准确测定钨钼铋锡多金属矿中的元素/化合物，用以金属平衡、质量监控或贸易结算。钨钼铋锡多金属化学成分测定方法标准完善了我国有色金属标准体系，在规范生产方、加工方和第三方检测机构的分析行为，促进相关生产、贸易和应用等方面具有重大意义。T/CNIA XXXX《钨钼铋锡多金属矿化学分析方法》目的在于描述钨钼铋锡多金属矿中钨、钼、铋、锡、氟化钙、碳酸盐、铁、硫、多元素等的测定方法。

硫是反映钨钼铋锡多金属矿价值的元素之一，在生产环节和贸易环节备受关注。本文件描述了采用高频红外吸收法测定钨钼铋锡多金属矿中硫含量的方法。本标准填补了钨钼铋锡多金属矿中硫含量测定的标准空白，有助于提升生产工艺质量控制水平，减少因分析差异造成的贸易纠纷，推动相关行业高质量发展。

# 钨钼铋锡多金属矿化学分析方法

## 第 7 部分 硫含量的测定

### 高频红外吸收法

#### 1 范围

本文件规定了钨钼铋锡多金属矿中硫含量的测定方法。

本文件适用于钨钼铋锡多金属矿中硫含量的测定。测定范围：0.20%~2.50%。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

试料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载至红外线分析器的测量室，二氧化硫吸收特定波长的红外能量，其吸收能与硫的浓度成正比，根据检测器接受能量的变化测得硫量。

#### 5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1 锡助熔剂。

5.2 纯铁助熔剂 C 型。

5.3 钨助熔剂。

5.4 氧气：纯度大于 99.5%。

5.5 陶瓷坩埚：使用前应在高温炉中于 1000℃高温灼烧 2 小时，冷却后保存在干燥器中备用。

5.6 标准物质：硫含量与待测样品相近的国家级标准物质。

## 6 仪器

6.1 高频感应红外碳硫仪。检测器灵敏度：优于 0.0001%。

## 7 样品

7.1 试样粒度应不大于 74 $\mu\text{m}$ 。

7.2 试样应在 105  $^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$  烘干 2 h 后，置于干燥器中冷却至室温。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

称取 0.10 g 试样，精确至 0.0001 g。

### 8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

### 8.3 仪器调试

按仪器使用说明书调试检查仪器，使仪器处于正常稳定状态。推荐设置分析条件：吹扫时间 1S，延迟时间 8S，比较器水平 2，最短时限 40S。

### 8.4 空白试验

依次称取 0.3 g 纯铁助熔剂（5.2）、1.50 g 钨助熔剂（5.3）于陶瓷坩埚（5.5）内，钳取坩埚置于炉台座上，按仪器说明书操作，分析并读取结果，重复测定至空白值稳定，取三次计算平均值，并对空白进行校准。

### 8.5 测定

将称取的试料（8.1）置于预先盛有 0.30g 纯铁助熔剂（5.2）的陶瓷坩埚（5.5）内、覆盖 1.50 g 钨助熔剂（5.3），钳取坩埚置于炉台座上，开始分析并读取结果。

### 8.6 校准曲线

称取与待测试料含硫量相近的标准样品至少三份，置于预先盛有纯铁助熔剂（5.2）的坩埚内，覆盖 1.50 g 钨助熔剂（5.3），钳取坩埚置于炉台座上，按仪器说明书操作，依次进行分析，测得结果的波动应在允许误差范围内，以此建立校准曲线，并用另一标准样品验证校准，以确保系统处于正常稳定状态。

## 9 试验数据处理

硫含量以硫的质量分数  $w_s$  计，数值以 % 表示，由仪器自动从工作曲线上计算得出。

计算结果表示至小数点后 2 位。

## 10 精密度

### 10.1 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，在表 1 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或外延法求得。测试的原始数据见附录 A。

表 1 重复性限

$w_s/\%$	0.2x	0.7x	1.2x	1.8x	2.5x
$r/\%$					

### 10.2 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，在表 2 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或外延法求得：

表 2 再现性限

$w_s/\%$	0.2x	0.7x	1.2x	1.8x	2.5x
$R/\%$					

## 11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

## 附录 A

(资料性)

## 精密度试验原始数据

精密度数据是 2024 年由 8 家实验室对硫不同含量水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的硫含量在重复性条件下独立测定 7 次。测试的原始数据见表 A.1。

表 A.1 硫精密度试验原始数据

实验室	水平	w/%						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1							
	2							
	3							
	4							
	5							
2	1							
	2							
	3							
	4							
	5							
3	1							
	2							
	3							
	4							
	5							
4	1							
	2							
	3							
	4							
	5							
5	1							

	2							
	3							
	4							
	5							
6	1							
	2							
	3							
	4							
	5							
7	1							
	2							
	3							
	4							
	5							
8	1							
	2							
	3							
	4							
	5							

---