YS

ICS 77.120

CCS H XX

中华人民共和国有色金属行业标准

中华人民共和国工业和信息化部　发布

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

硫精矿化学分析方法

有效硫含量的测定

高温红外吸收法

Method for chemical analysis of pyrite concentrate—

Determination of effective sulfur content—

High temperature infrared absorption method

（送审稿）

YS/T XXXXX −202X

1. 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。

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：云南驰宏锌锗股份有限公司、彝良驰宏矿业有限公司、昆明冶金研究院有限公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、云南华联锌铟股份有限公司、江西铜业铅锌金属有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、金川集团股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、北矿检测技术股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿。

本文件主要起草人：许明丽、汪先道、辜仕琼、何杰、高延粉、陈娟、王铭、陈晓科、施玉娟、陈诗韵、王朝霞、杨绍辉、王兴剑、吴作明、程晓莹、 王绒香、付鹏飞 、徐华、徐晓艳、李志晖、白灵、王吉奥

硫精矿化学分析方法

有效硫含量的测定

高温红外吸收法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件描述了硫精矿中有效硫的测定方法。

本文件适用于硫精矿中有效硫的测定，其测定范围为：10.00%～50.00%。

1. 规范性引用文件

下列文件中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 2460 硫铁矿和硫精矿 分析试样的采取及制备方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

试料在850 ℃纯氧气流中燃烧，有效硫氧化生成SO2 逸出，通过载气进入红外光线检测器。根据被测气体吸收特定波长的红外线光能变化测出有效硫的含量。

1. 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

* 1. 无水高氯酸镁。
  2. 氧气：纯度＞99.5%。
  3. 硫精矿有证标准物质。
  4. 陶瓷坩埚：具有精确的装配尺寸，适合于高温燃烧炉。使用前在不低于1300 ℃的马弗炉中燃烧4 h，冷却后保存在干燥器中。

1. 仪器
   1. 红外碳硫分析仪：干燥管内装无水高氯酸镁（5.1）。
   2. 高温燃烧炉：应满足试料燃烧温度(850 ℃)的要求。
   3. 电子天平：感量0.0001 g。
   4. 马弗炉：最高使用温度不低于1400 ℃。
2. 样品

按照GB/T 2460进行取样和制样，样品粒度不大于0.075 mm，在100 ℃±5 ℃下干燥样品至恒量，置于干燥器中冷却至室温备用。

1. 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。

* 1. 试料

称取0.05 g样品，精确至0.0001 g。

* 1. 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

* 1. 空白试验

做空白试验，按不加试料进行3次试验，取其平均值作为空白校正。

* 1. 仪器准备

测量试料前，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。

* 1. 测定

将试料置于灼烧过的坩埚内，按照仪器设置的工作条件进行测定。

* 1. 工作曲线的绘制

按照试料的测定方法将表1中的硫精矿有证标准物质(5.3)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。

表1工作曲线的绘制

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 硫精矿有证标准物质序号 | 称取量  g | 有效硫标准质量分数  % |
| S1 | 0.0500 | 17.25 |
| S2 | 0.0500 | 28.80 |
| S3 | 0.0500 | 34.48 |
| S4 | 0.0500 | 38.74 |
| S5 | 0.0500 | 47.24 |

* 1. 校准

根据待测试料的有效硫含量，选择2个硫精矿有证标准物质(5.3)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。

1. 试验数据处理

由计算机自动给出有效硫的质量分数（%），保留到小数点后两位。

1. 精密度
   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2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2重复性

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*/（%） | 13.61 | 29.49 | 33.55 | 41.36 | 46.48 |
| *r*/（%） | 0.43 | 0.63 | 0.39 | 0.64 | 0.54 |

* 1. 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3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3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3再现性

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*/（%） | 13.61 | 29.49 | 33.55 | 41.36 | 46.48 |
| *R*/（%） | 1.91 | 1.77 | 0.57 | 0.81 | 1.73 |

1. 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——实验对象；

——本文件编号；

——结果；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

附 录 A

（资料性）

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据

试验数据是在2023年由12家实验室对6或7个不同水平有效硫含量的硫精矿样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的有效硫含量独立测定5~11次，根据国家标准GB/T 6379.2-2004确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法（ISO 5725-2：1997，IDT）的规定，对收到的全部数据进行了统计分析，统计结果见表A.1。

表A.1 统计结果表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品的标识 | 2# | 3# | 4# | 5# | 6# |
| 参加试验室的数目 | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 |
| 可接受结果的数目 | 12 | 11 | 11 | 9 | 12 |
| 平均值/w% | 13.61 | 29.49 | 33.55 | 41.56 | 46.48 |
| 真值或可接受值/w% | - | - | - | - | - |
| 重复性标准差(Sr) | 0.15 | 0.22 | 0.14 | 0.22 | 0.19 |
| 重复性变异系数 | 1.10% | 0.75 % | 0.42 % | 0.53 % | 0.41 % |
| 重复性限(r)(2.83×Sr) | 0.43 | 0.63 | 0.39 | 0.64 | 0.54 |
| 再现性标准差(SR) | 0.67 | 0.62 | 0.20 | 0.28 | 0.60 |
| 再现性变异系数 | 4.92% | 2.10 % | 0.60 % | 0.67% | 1.29 % |
| 再现性(R)(2.83×SR) | 1.91 | 1.77 | 0.57 | 0.81 | 1.73 |