

ICS 77.120.99  
CCS H 14

# 团 体 标 准

T/GNIA XXXX. 7-202X

## 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

(审定稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中国有色金属工业协会 发布  
中国有色金属学

## 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：氯化钙含量的测定 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：长沙矿冶研究院检测技术有限公司

本文件主要起草人：

## 引 言

钨钼铋锡多金属矿是指主组分含钨、钼、铋、锡、萤石中两种或以上的多金属矿石原料，以其作为主要的原材料生产钨精矿、钼精矿、铁精矿、硫精矿、铋精矿、萤石精矿等。T/CNIA XXXX 旨在通过实验研究建立一套完整、切实可行、且适用于钨钼铋锡多金属矿综合利用、工艺参考和贸易需求的化学成分的方法标准。限于文件篇幅、使用需求、适用范围以及各分析方法之间的技术独立性等原因，T/CNIA XXXX 由 8 部分组成。

- 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：氯化钙含量的测定 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。

本文件可以促进我国钨钼铋锡多金属矿检测技术的进步，保证从业人员在贸易、生产、应用、科研、检测过程中有标准可依。

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，适用于钨钼铋锡萤石矿石、钨钼铋锡矿石、钨钼铋矿石、钨锡铋矿石、钼铋矿石、钨铋矿石、钨钼矿石、白钨萤石矿石等多种钨钼铋锡多金属矿。本标准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。

SO  
补充背景

## 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

本文件描述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载至红外线分析仪的测量室，测定其红外光谱，根据其吸收能与硫的浓度成正比关系测定硫含量。

##### 5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

- 5.1 纯铁助熔剂：粒度小于1.25 mm， $w_{Fe} \geq 99.8\%$ ， $w_S \leq 0.001\%$ 。
- 5.2 钨助熔剂： $w_{W} \geq 99.95\%$ ， $w_S \leq 0.0005\%$ 。
- 5.3 系列硫有证标准物质/标准样品：硫含量与待测样品相近的可溯源标准物质。
- 5.4 氧气（体积分数不小于99.5%）。
- 5.5 动力气源：氮气、氩气或压缩空气，其杂质（水和油）含量小于0.5%。
- 5.6 陶瓷坩埚：与高频感应红外碳硫分析仪相匹配的碳硫专用坩埚，使用前应于1100℃马弗炉中稍开炉门灼烧2 h，冷却后置于干燥器中备用。

##### 6 仪器设备

高频红外碳硫仪。

因样品中氮含量较高，易腐蚀仪器设备，建议安装除氮装置或者使用耐腐蚀材料，定期检查仪器设备腐蚀情况并及时更换被腐蚀的材料。

## 7 样品

- 7.1 样品粒度应不大于 74  $\mu\text{m}$ 。  
7.2 样品应在 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备用。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

称取 0.10 g 样品，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

- 8.3.1 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。  
8.3.2 选用设置最佳分析条件。

### 8.4 空白试验

依次称取 0.30 g 纯铁助熔剂 (5.1)、1.50 g 钨助熔剂 (5.2) 于陶瓷坩埚 (5.6) 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，重复测定的空白值极差不超过 0.0005%，取最后测定三次稳定一致的数据的平均值，在随后的测量中仪器自动扣除空白。

### 8.5 校正

#### 8.5.1 单点校正

利用仪器自带工作曲线对试料 (8.1) 进行粗测后，根据测试结果，选取与试料 (8.1) 含量范围相近的硫有证标准样品 (5.3)，单点校正工作曲线，单点校正有证标准样品至少重复测定三次，其测定值不应超出认定值的不确定度范围，并用另一标准样品 (5.3) 进行验证，确认系统的线性，否则应重新调整系统的线性。

#### 8.5.2 多点校正

利用仪器自带工作曲线对试料 (8.1) 进行粗测后，根据测试结果，选取三个有证标准物质 (试料 (8.1) 硫含量应落在所选有证标准物质硫含量的范围内) 依次进行测量，确认系统的线性，测量结果不应超出认定值的不确定度范围，并用另一标准样品 (5.3) 进行验证校准，确认系统的线性，否则应重新调整系统的线性。

### 8.6 测定

将称取的试料 (8.1) 置于预先盛有 0.30 g 纯铁助熔剂 (5.1) 的陶瓷坩埚 (5.6) 内、覆盖 1.50 g 钨助熔剂 (5.2)，钳取坩埚置于炉台座上，在测定标准物质相同的条件下进行分析，并读取硫的结果。  
计算结果表示至少小数点后 2 位，数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

## 9 精密度

### 9.1 重复性限

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。精密度试验原始数据见附录 A。

表 1 重复性限

$w\%$	0.27	0.54	1.27	1.98
$r\%$	0.02	0.03	0.06	0.09

#### 9.2 再现性限

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。精密度试验原始数据参见附录 A。

表 2 再现性限

$w\%$	0.27	0.54	1.27	1.98
$R\%$	0.03	0.08	0.16	0.17

#### 10 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)

## 精密度试验统计数据

精密度数据是 2024 年由 8 家实验室对不同硫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、9 次或 11 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	测定次数	水平			
		1	2	3	4
1	1	0.281	0.576	1.307	2.026
	2	0.279	0.573	1.299	2.021
	3	0.273	0.564	1.284	2.016
	4	0.273	0.564	1.283	2.009
	5	0.273	0.559	1.282	1.987
	6	0.271	0.556	1.258	1.985
	7	0.268	0.556	1.250	1.977
	8	0.267	0.554	1.243	1.950
	9	0.264	0.554	1.234	1.947
	10	0.262	0.551	1.226	1.943
	11	0.262	0.550	1.216	1.910
2	1	0.267	0.489	1.240	1.994
	2	0.265	0.485	1.220	1.985
	3	0.264	0.485	1.219	1.982
	4	0.262	0.483	1.215	1.980
	5	0.260	0.482	1.215	1.979
	6	0.258	0.479	1.199	1.968
	7	0.256	0.473	1.195	1.957
3	1	0.281	0.539	1.229	2.010
	2	0.278	0.537	1.215	1.991
	3	0.276	0.535	1.215	1.987
	4	0.273	0.529	1.209	1.986
	5	0.269	0.525	1.207	1.985
	6	0.266	0.523	1.201	1.976
	7	0.258	0.523	1.197	1.971
4	1	0.288	0.585	1.392	2.066
	2	0.286	0.583	1.370	2.062
	3	0.281	0.577	1.366	2.057
	4	0.279	0.573	1.358	2.037
	5	0.276	0.573	1.355	2.016
	6	0.264	0.570	1.343	2.016
	7	0.258	0.554	1.306	2.010

T/CNIA × × × ×.7-202×

5	1	0.282	0.554	1.261	1.894
	2	0.275	0.548	1.257	1.890
	3	0.273	0.545	1.251	1.888
	4	0.273	0.543	1.243	1.882
	5	0.271	0.536	1.227	1.872
	6	0.267	0.526	1.223	1.860
	7	0.264	0.524	1.219	1.854
6	1	0.287	0.576	1.336	1.993
	2	0.284	0.572	1.312	2.063
	3	0.281	0.570	1.309	2.051
	4	0.279	0.565	1.302	2.045
	5	0.278	0.564	1.301	2.014
	6	0.276	0.556	1.294	1.989
	7	0.275	0.552	1.284	1.981
7	1	0.290	0.567	1.260	2.004
	2	0.285	0.557	1.244	1.992
	3	0.283	0.552	1.237	1.989
	4	0.282	0.546	1.223	1.987
	5	0.279	0.545	1.219	1.937
	6	0.278	0.541	1.216	1.921
	7	0.275	0.540	1.212	1.915
	8	0.273	0.532	1.187	1.885
	9	0.271	0.525	1.179	1.879
8	1	0.271	0.559	1.351	2.101
	2	0.269	0.556	1.338	2.063
	3	0.269	0.552	1.336	2.042
	4	0.267	0.544	1.325	2.035
	5	0.264	0.543	1.317	1.989
	6	0.258	0.528	1.309	1.981
	7	0.253	0.521	1.281	1.973