

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

编制说明

(审定稿)

主编单位：长沙矿冶院检测技术有限责任公司

2025年3月

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

编制说明

一、工作简况

1) 任务来源

根据2024年2月5日中国有色金属工业协会发布的《关于下达2024年第一批团体标准制定计划的通知》（中色协科〔2024〕17号），有色金属行业标准《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》制定项目由全国有色金属标准化技术委员会负责归口，由长沙矿冶院检测技术有限责任公司负责起草，项目计划编号为2024-014-T/CNIA，项目周期为18个月，完成年限为2025年8月。

2) 项目背景

钨、钼、铋、锡等金属矿产属于国家战略性矿产（《全国矿产资源规划》战略性矿产目录），目前单一钨、钼、铋、锡等金属矿石可采的高品位矿源越来越少，低品位复杂共伴生矿的综合利用越来越受重视。钨钼铋锡多金属矿是指主组分为钨、钼、铋、锡等多金属的矿石原料，它是冶炼/回收钨、钼、铋、萤石、铁、硫等产品的重要原料之一。研制钨钼铋锡多金属矿系列化学分析方法，在原矿交易、工艺条件控制、金属平衡结算等方面尤显重要。

我国钨钼铋锡多金属矿分布广泛。湖南柿竹园以钨、钼、铋为主矿种，钨、铋、萤石规模之巨大，世界第一；甘肃小柳沟钼铋或钨钼铋相对富集，小柳沟钨、贵山钨钼、祁宝铜钨、世纪铜钨，储量居亚洲第三；广西珊瑚钨锡矿是我国重要的钨锡矿区；广东云浮大金山钨锡8万吨以上储量；云南个旧共生、伴生有18种有用矿产，其中铜、铅、锌、钨、银、萤石、硫、砷均有大型矿床分布；云南都龙矿区除锡、铜、钨、铅、铟外，同时还伴生有银、镓、锗、钼、金、铁、硫、砷等20余种元素。此外在新疆沙琅、陕西镇安、新疆祖鲁洪等地亦有钨锡铋的重要矿床。其他一些多金属矿，如内蒙古白音查干多金属矿，存在相当部分的萤石化和电气石化。

我国钨矿床大部分伴生萤石、方解石和白云石等矿物。将钨矿中萤石分离技术难点是萤石与其它含钙脉矿石的可浮性相近，增加了分离难度。在白钨矿或混合钨矿浮选中，一般采用“先浮选硫化矿，再浮钨，最后浮选回收萤石”的技术路线。对于白钨矿-萤石-方解石型钨矿床或多金属矿床，由于含钙矿物可浮性相近，前段作业通常会加入大量抑制剂防止萤石、方解石上浮，在白钨矿浮选完成后，尾矿中还含有大量方解石、石英、石榴石等钙脉矿物，这就使得尾矿中萤石的回收较为困难。某些矿山通过对钨尾矿采用“强磁-浮选-脱硅”新工艺或添加特效抑制剂和捕收剂等药剂，提高氟化钙的回收率。但需提前考虑原矿或尾矿中硫的含量，以此选择合适工艺进行萤石的浮选。

硫是钨钼铋锡多金属矿在生产和贸易中较为关注的检测项目。目前钨钼铋锡萤石矿石、钨钼铋锡矿石、钨钼铋矿石、钨锡铋矿石、钼铋矿石、钨锡矿石、钨铋矿石、白钨萤石矿石等复杂钨钼铋锡多金属矿无此类硫含量的标准分析方法。本团体标准《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》旨在建立钨钼铋锡多金属矿中硫含量范围为 0.20 %~2.50 %的标准方法。

3) 主要参加单位和工作组成员及其所作的工作

1. 本标准起草单位及其分工

本标准在申报立项时的起草单位为北矿检测技术有限公司，在立项批复后，为了保证本标准的普适性、准确性和可操作性，牵头单位在行业内广泛征集参编单位，2024年4月25日全国有色金属标准化技术委员会在湖南长沙召开，更起草单位为长沙矿冶院检测技术有限责任公司。最终本标准的起草单位有8家，分别为：长沙矿冶院检测技术有限责任公司、北矿检测技术有限公司、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、赣州冶研所检测技术服务有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司。

其中，长沙矿冶院检测技术有限公司主要负责试验方案制定，试验样品收集和分发，分析方法研究，试验结果处理，标准文本、试验报告和编制说明撰写等工作；北矿检测技术有限公司、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为一验单位，主要负责对试验方案中的条件实验进行验证，提供精密度和准确度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议；赣州冶研所检测技术服务有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司为二验单位，主要负责提供精密度试验数据，并对标准文本提出修改意见和建议。

长沙矿冶院检测技术有限责任公司（简称“长矿检测”）始建于1956年，为原冶金部辅料矿质量监督检测中心，2021年7月改制为国有控股企业，为世界500强企业中国五矿所属长沙矿冶研究院有限责任公司子公司，注册资本2580万元。

长矿检测专注于为客户提供检测、能力验证、咨询培训、仲裁检测等综合性技术服务，拥有检验检测机构资质认定（CMA）、实验室认可（CNAS）、能力验证提供者认可（PTP）等多项专业资质及百余台套先进精密分析仪器设备，尤其是化学物相分析、材料微观表征等检测能力国内领先。经过60余年的发展，服务能力覆盖矿产、材料、化工、环境、建筑工程、医药、食品、农产品等多个领域，服务大型央企、上市公司、中小微企业、高校、科研院所、研发机构等客户逾2000家。

长矿检测制修订100余项国际、国家、行业、团体标准，拥有发明专利6项，为工信部工业产品（黑色矿冶产品）质量控制和技术评价实验室、湖南省工信厅产业技术基础公共服务平台（试验检测类）等20多个国家级、省部级科技创新平台的重要组成部分，是中国矿冶检测机构联盟副理事长单位、国家技

术标准创新基地（长株潭）理事单位、湖南省环境检测行业协会副会长单位、湖南省精密仪器测试学会秘书长单位、长沙市先进电池材料及电池产业技术创新战略联盟理事单位等。

长矿检测始终坚持“专家之选 检测专家”的发展定位，致力于成为国内一流、具有国际竞争力的第三方检验检测集团。

2. 本标准起草人员及其工作职责

本标准主要起草人有：。

各起草人在本标准编制过程中的工作职责见表 1 所示：

表 1 本标准主要起草人及其工作职责

序号	单位	人员	分工
1	长沙矿冶院检测技术有限责任公司		试验方案制定、试验样品收集和分发，分析方法研究，试验结果处理，标准文本、试验报告和编制说明撰写等。
2	北矿检测技术有限公司、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		试验方案验证；提供精密度和准确度测试数据；对标准文本提出修改意见和建议。
3	赣州冶研所检测技术服务有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司		提供精密度测试数据；对标准文本提出修改意见和建议。

4) 主要工作过程

1. 预研阶段

2021年10月~2023年10月，北矿检测技术股份有限公司、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司以网络和现场调研等方式，分别对湖南柿竹园、陕西镇安、甘肃小柳沟、新疆沙珑、新疆祖鲁洪、内蒙古白音查干等地调研钨钼铋锡多金属矿当前和预期的检测需求，并同长沙矿院等同行实验室就硫含量的测定方法进行技术探讨和试验方案设计。

2. 立项阶段

北矿检测技术有限公司向全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委（SAC/TC243/SC3）提交了行业标准《钨钼铋锡多金属矿化学分析方法》标准制定的项目建议书、标准草案和立项报告等材料，经全体委员论证同意立项。随后由秘书处组织全体委员投票，投票通过后转报给工业和信息化部科技司，并挂网向社会公开征求意见。

3.起草阶段

3.1 任务落实

2024年4月，全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委会组织会议对《钨钼铋锡多金属矿化学分析方法》系列中国有色金属协会标准进行任务落实。会上确定了由长沙矿冶院检测技术有限公司牵头负责《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》的制定起草工作，由北矿检测技术有限公司、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、赣州冶研所检测技术服务有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、昆明冶金研究院有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司7家单位协助起草；明确了所采用的分析方法及其测定范围；同时确定了样品制备单位、进度安排等事项。

3.2 样品收集及试验研究

长沙矿冶院检测技术有限公司接受任务后，成立了标准编制工作组，主要由分析检测工作人员组成，根据产品的要求，结合高频红外吸收法的基本步骤和原理，形成了标准草案。

委托柿竹园寄来典型样品，根据标准中硫的质量分数范围选取了5种不同含量水平的钨钼铋锡多金属矿试样，样品编号分别为1#、2#、3#、4#和5#。

3.3 讨论稿和编制说明

2024年5月底，长沙矿冶院检测技术有限责任公司将标准文本讨论稿、试验报告和样品同步分发至各验证单位，各单位开展验证工作。

2024年7月，长沙矿冶院检测技术有限责任公司将验证单位返回的数据、验证报告进行收集整理、汇总和统计，并根据各验证单位反馈情况，优化了试验，确定了讨论版的试验报告和标准文本。

2024年7月24日~27日全国有色金属标准化技术委员会在山西大同市组织召开了协会标准《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》的讨论会。专家们对《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》的标准讨论稿、试验报告和编制说明进行了仔细、认真的讨论，并提出了修改意见和建议。其主要意见分别如下：

- (1) 增加标准文本中钨钼铋锡多金属中硫含量的测定范围的依据来源；
- (2) 标准文本的原理阐述部分需做些改动；
- (3) 删除标准文本中“5.1 锡助熔剂”；
- (4) 标准文本中“5.2 纯铁助熔剂c型”改成“5.2 纯铁助熔剂”；
- (5) 标准文本中“5.6 标准物质”的描述改为硫含量与待测样品相近的有证标准物质；
- (6) 标准文本中“8.3 仪器调试”部分进行修改；
- (7) 标准文本中“8.4 空白试验”的描述需要进行修改；

(8) 标准文本中“8.5 测定放置”需放在“8.6 校准曲线”后和“9 试验数据处理”前，且“8.6 校准曲线”应该为单点或多点校正；

(9) 标准文本中“8.6 校准曲线”中提到的“允许误差范围”改为“不确定度”；此外，也有单位提出反馈意见：

1. 国标（北京）检验认证有限公司反馈意见：

(1) 本方法采用高频燃烧红外吸收法测定钨钼铋锡多金属矿中硫的含量，通过条件试验选定最佳测试条件，对实际样品进行测试，精密度较好，加标回收率 96.5%~106.7%，方法准确度高、检出限低、检测速度快，可推荐作为标准分析方法。

(2) 建议将 8.5.2 校准曲线中的“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。”描述改为：按照单点或多点校准程序，选取硫含量接近或高于待测试料的标准物质/标准样品执行校准程序。

采纳该建议，已修改为“单点校正：利用仪器自带工作曲线对试料进行粗测后，根据测试结果，选取与待测含量范围相近的硫有证标准样品，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，并用另一标准样品进行验证，确认系统的线性，否则应重新调节系统的线性。多点校正：利用仪器自带工作曲线对试料进行粗测后，根据测试结果，选取同类型有证标准物质（待测试样硫含量应落在所选三个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，并用另一标准样品进行验证校准，确认系统的线性，否则应重新调节系统的线性。”

(3) 样品在 0.1-0.2g 时对结果的影响不大，建议：称样量扩大范围：例如 0.1-0.2g。

未采纳该建议，考虑到测试样品中氟含量较高，称样量增加会更容易导致样品对仪器的干扰程度，因此称样量依旧选取 0.1g。

2. 柳州市产商品质量监督检验所反馈意见：

空白试验是否执行。有实验室反馈部分仪器校正后自动扣除空白。根据目前的现行的标准，都是有空白试验的规定。相关标准有：GB/T 1819.10-2017《锡精矿化学分析方法 第 10 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法和碘酸钾滴定法》、GB/T 3260.9-2013《锡化学分析方法 第 9 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法和碘酸钾滴定法》。

若要做空白试验，建议明确空白试验时称样质量的值是多少。参考 GB/T 3260.9-2013《锡化学分析方法 第 9 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法》，仪器测定时，需要输入称样质量，建议明确空白试验时称样质量的值是多少。

采纳该建议，已修改为“依次称取 0.3 g 纯铁助熔剂（见 5.1）、1.50 g 钨助熔剂（见 5.2）于陶瓷坩埚（见 6.6）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，重复测定至空白值稳定，记录最小的、稳定一致的三次读数计算平均值，并对空白进行校准。空白值极差不超过 0.0005%”。

4. 预审阶段

2024 年 11 月 20 日~23 日全国有色金属标准化技术委员会在海南海口市组织召开了协会标准《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》的讨论会。专家们对《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》的标准初审稿、试验报告和编制说明进行了仔细、认真的讨论，并提出了修改意见和建议。其主要意见分别如下：

- （1）完善编制说明中项目背景介绍、参与单位及其人员名单；
- （2）优化标准正文的内容；
- （3）在精密度及后续的数据处理部分将编号为 4# 的样品数据删除，最终精密度为四个水平；
- （4）规范格式，与系列标准保持一致。

2024 年 12 月~2025 年 1 月，按照预审会的建议，对预审稿、编制说明进一步修改和完善，形成审定稿。12 月中旬再次收集 18 家非验证单位意见，形成征求意见汇总表。

5. 审定阶段

6. 报批阶段

二、标准编制原则

1) 符合性

标准格式严格按照 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》等文件的要求编写，并按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测试方法重复性与再现性的基本方法》的要求进行试验数据的统计及重复性线和再现性限的计算。

2) 适用性和先进性

本标准在充分调研国内外钨钼铋锡多金属矿相关标准及行业内钨钼铋锡多金属矿分析检测实际需求的基础上，对测定范围、试验操作的技术细节、精密度数据进行修改或补充，进一步规范了钨钼铋锡多金属矿中硫含量的分析方法，同时又体现了行业内对钨钼铋锡矿化学成分分析的技术水平，具有先进性、可操作性和广泛的适用性。主要体现在：

（1）针对钨钼铋多金属矿中硫的检测提供了一种新的检测方案——即高频红外碳硫仪检测法；

（2）采用红外碳硫仪测定钨钼铋多金属矿中的硫可以很大程度上的节省时间成本，并且检测结果符合 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测试方法重复性与再现性的基本方法》。

（3）红外碳硫仪操作更为简便，人为导致的误差更小。

三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

1) 标准的主要内容、确定的依据

1.测定方法

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，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。

2.测定范围

根据钨钼铋锡多金属矿中硫的赋存情况，并结合实际应用，确定标准检测的范围为 0.20%~2.50%。

2) 主要试验和验证情况分析

1.助熔剂的选择

助熔剂的选择及用量直接关系到样品在燃烧过程中是否完全释放，助熔剂的先后顺序对测试也有密切联系。纯铁、锡粒是高电磁感性感性金属，可弥补测试样品电测感应不足，有效提升样品的导磁性，钨是高熔点金属，可提高试样的热容量。结合条件实验的情况和实际经验，选择称样量 0.10g，选择 1.2g 钨锡助熔剂、0.30g 铁助熔剂、1.5g 钨助熔剂进行助熔剂选择实验，结果见表 2。

表 2 助熔剂的选择

编号	助熔剂	试样熔融及出峰情况
1	1.2g 钨锡粒+样品	熔体不光滑，呈块状
2	0.30g 铁粒+样品	熔体未完全散开，有飞溅
3	1.5g 钨粒+样品	熔体未完全散开，释放曲线不光滑
4	1.2g 钨锡粒+0.30g 铁粒+样品	熔体光滑但有少量飞溅，S 峰拖尾
5	0.30g 铁粒+1.5g 钨粒+样品	熔体光滑无飞溅，释放曲线顺畅

考虑样品熔融情况与出峰情况，硫含量测定选择纯铁+样品+钨的组合较为合适。一验单位北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司和中国有色桂林矿产地质研究院有限公司该试验条件进行了验证，得到的试验现象和结论与起草单位一致。

2.助熔剂量的选择

根据表 2 选择的助熔剂种类及加入顺序，对助熔剂用量进行优化，称取硫含量为 1.26%的样品 0.10g 进行条件试验，结果见表 3。

表 3 助熔剂用量的选择

助熔剂加入量	试样熔融及出峰情况	硫含量/%
0.3g 铁粒+1.2g 钨粒	样品熔融较好，释放曲线顺畅	1.172
0.3g 铁粒+1.5g 钨粒	样品熔融好，释放曲线顺畅	1.262
0.3g 铁粒+1.8g 钨粒	样品熔融好，释放曲线顺畅，有飞溅	1.093
0.1g 铁粒+1.5g 钨粒	样品熔融较好，释放曲线顺畅	1.178
0.5g 铁粒+1.5g 钨粒	样品熔融好，释放曲线顺畅，有少许飞溅	1.127

根据试验结果，结合熔融出峰情况与测定结果，选择最优助熔剂组合为：0.3g 纯铁+样品+1.5g 钨助熔剂。一验单位北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司和中国有色桂林矿产地质研究院有限公司对该试验条件进行了验证，得到的试验现象和结论与起草单位一致。

3.称样量的选择

于上述选定的实验条件下，选取硫含量为 1.26% 的样品进行条件试验，结果见表 4。

表 4 称样量的选择

称样量/g	试样熔融及出峰情况	硫含量/%
0.050	熔体光滑，峰形光滑，无飞溅	1.146
0.10	熔体光滑，峰形光滑，无飞溅	1.262
0.20	熔体光滑，硫峰拖尾，无飞溅	1.123
0.30	熔体光滑，峰形较差，有少许飞溅	1.070

当称样量少于 0.1g 时，称量误差较大，样品代表性不足，导致数据偏低；当称样量在 0.1g 时，坩埚内熔体光滑且峰曲线好，测定结果准确，随着称样量的增加，逐渐出现出峰拖尾，少许飞溅的现象。因该样品氟含量较高，称样量的增加会导致样品氟含量增加，一定程度上会影响仪器的稳定性，干扰实验结果准确性，加上助熔剂这类耗材的成本因素，综合考虑最终选择称样量为 0.10g，精确至 0.0001g。

一验单位北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司和中国有色桂林矿产地质研究院有限公司对该试验条件进行了验证，得到的试验现象和结论与起草单位一致。

4.方法检出限和测定下限

检出限：以连续测定 11 次空白值的 3 倍标准偏差计算检出限。

测定下限：以连续测定 11 次空白值标准偏差 10 倍对应的含量作为分析方法测定下限。

表 5 硫检出限及测定下限试验

空白测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	检出限/%	测定下限/%
---------	-------	--------	-------	--------

0.000015 (3次)、0.000035 (2次)、 0.0000050、0.0000020、0.0000030、 0.000040、0.000000 (2次)	0.000015	0.0000151	0.000045	0.00015
--	----------	-----------	----------	---------

5.单点校正和多点校正

参考 SN/T 4363-2015《铜精矿中硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法》、SN/T 4366-2015《金矿石中硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法》、GB/T 5059.9-2008《钨铁 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧碘量法》等发现基本使用校正方法为多点校正，结合样品存在含量梯度的情况，决定用铁矿石标样 YSBC 28788-2015 (硫的标准值为 0.271%)，萤石标样 YSBC 28732-2014 (硫的标准值为 0.52%)，磁铁矿 YSBC 11701-94 (硫的标准值为 1.5%) 和磁铁矿 93-40 (硫的标准值为 2.61%) 进行多点校正法测定，同时使用铁矿石标样 YSBC 28788-2015 (硫的标准值为 0.271%)，萤石标样 YSBC 28732-2014 (硫的标准值为 0.52%)，磁铁矿 YSBC 11701-94 (硫的标准值为 1.5%) 和磁铁矿 93-40 (硫的标准值为 2.61%) 分别进行单点校正检测并进行数据比对，结果如表 6 所示。

表 6 多点校正结果和单点校正结果对比

样品编号	1#		2#	
	多点校正	单点校正	多点校正	单点校正
测定值 (%)	0.2673/0.2636	0.2774	0.5585/0.5635	0.5576
	0.2709/0.2726	0.2655	0.5508/0.5536	0.5311
	0.2616/0.2731	0.2669	0.5636/0.5555	0.5695
	0.2622		0.5763	
平均值 (%)	0.2673	0.2699	0.5603	0.5527
标准偏差 (%)	0.0049	0.0065	0.0085	0.0197
相对标准偏差 (%)	1.8508	2.4095	1.5259	3.5564

样品编号	3#		4#		5#	
	多点校正	单点校正	多点校正	单点校正	多点校正	单点校正
测定值 (%)	1.2826/1.2824	1.1687	1.7610/1.7455	1.7479	1.9866/2.0471	2.0191
	1.3066/1.2576	1.2245	1.7907/1.7565	1.7669	2.0255/2.0208	1.9755
	1.2840/1.3292	1.2433	1.7850/1.7700	1.7450	2.0163/1.9852	1.9618
	1.2985		1.7850		2.0093	
平均值 (%)	1.2916	1.2122	1.7705	1.7533	2.0130	1.9855

标准偏差 (%)	0.0226	0.0388	0.0170	0.0119	0.0219	0.0299
相对标准偏差 (%)	1.7502	3.2008	0.9618	0.6785	1.0873	1.5070

从表中可以看出单点校正测出的数据平均值与多点校正的数据接近,因此实验中可以选择对应的校正方法进行校正。

6.不同测定方法结果对比

为验证方法的准确性,除使用红外碳硫仪测定样品中硫含量外,中国有色桂林矿产地质研究院有限公司(表7中称为实验室1)和湖南柿竹园有色金属有限责任公司(表7中称为实验室2)都使用了燃烧滴定法测定了样品中硫的含量,现将起草单位用红外碳硫仪检测的样品平均值与其对比,其结果如下。

表7 红外碳硫仪和燃烧滴定法测定样品中含硫量的结果对比

样品	1#	2#	3#	4#	5#
红外碳硫仪测定平均值/%	0.2702	0.5595	1.2619	1.7402	1.9792
实验室1 燃烧滴定法测定平均值/%	0.2790	0.5567	1.2257	1.6917	1.9180
实验室2 燃烧滴定法测定平均值/%	0.2879	0.5100	1.2276	1.6583	1.9077

从表中可知,燃烧滴定法测定的硫结果含量与红外碳硫仪测定的含量相近,两种方法检测结果无显著差异。

7.加标回收试验

称取1#、2#、3#、4#和5#的准确度,测定结果见表8。

表8 加标回收实验

样品名称	样品硫含量/%	称样量/g	样品含硫量/ μg	加入单质硫量/ μg	测定含硫量/%	测定硫量/ μg	回收硫量/ μg	回收率/%
1#	0.270	0.1024	276.5	271	0.542	555.0	278.5	102.77
2#	0.560	0.1028	575.7	570	1.123	1154.4	578.7	101.53
3#	1.262	0.1005	1268.3	1200	2.492	2504.6	1236.3	97.48
4#	1.740	0.1006	1750.4	1800	3.596	3617.6	1867.2	103.73
5#	1.979	0.1000	1979.0	2000	4.027	4026.5	2047.5	102.38

从表8结果中可以看出,本方法的加标回收率在97.48%~103.73%之间,准确度较好,能够满足分析要求。

一验单位北矿检测技术有限公司、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对该试验条件进行了验证，得到的试验现象和结论与起草单位一致。

四、精密度实验及实验室内格拉布斯检验

1) 起草单位精密度实验及组内离群值检验

按照上述试验方法对样品进行精密度试验，结果见表9。

表9 长沙矿冶院检测技术有限责任公司的精密度试验结果

样品	1#	2#	3#	5#
测定值 (%)	0.2810	0.5536	1.2430	1.9500
	0.2636	0.5560	1.2500	1.9770
	0.2680	0.5500	1.2340	1.9470
	0.2726	0.5555	1.2160	1.9100
	0.2790	0.5540	1.2260	1.9430
	0.2730	0.5730	1.2985	1.9852
	0.2673	0.5585	1.2826	1.9866
	0.2709	0.5508	1.3066	2.0255
	0.2616	0.5636	1.2840	2.0163
	0.2622	0.5763	1.2824	2.0093
	0.2731	0.5635	1.2576	2.0208
平均值 (%)	0.2702	0.5595	1.2619	1.9792
标准偏差 (%)	0.0064	0.0087	0.0306	0.0377
相对标准偏差 (%)	2.3736	1.5555	2.4253	1.9067
G _n	1.682491051	1.927082819	1.461180606	1.228117278
G ₁	1.342307519	1.094624821	1.499202789	1.832539846
$\lambda (0.05, n)$	2.020	2.020	2.020	2.020
$\lambda (0.01, n)$	2.139	2.139	2.139	2.139
异常值判断	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值

从表9结果可知，4种试验样品精密度试验结果的RSD在1.91%~2.43%之间，说明该方法精密度良好，能够满足分析要求。

2) 各验证单位的精密度实验及组内离群值检验

每家验证单位按照既定的试验步骤开展精密度试验，即每家验证单位分别对每种样品在重复性条件下独立测定7次或9次，结果见下表所示。

表 10 北矿检测技术股份有限公司的精密度试验结果

样品编号	1#	2#	3#	5#
测定值/%	0.260	0.489	1.199	1.994
	0.262	0.473	1.195	1.957
	0.256	0.479	1.215	1.968
	0.258	0.485	1.240	1.979
	0.265	0.482	1.220	1.982
	0.267	0.483	1.215	1.985
	0.264	0.485	1.219	1.980
平均值/%	0.262	0.482	1.215	1.978
标准偏差 (%)	0.00395	0.00512	0.01484	0.01202
相对标准偏差 (%)	1.5078	1.0621	1.2217	0.6077
Gn	1.339489936	1.310791649	1.703840767	1.343019327
G1	1.448097229	1.812796961	1.328418225	1.735228511
$\lambda(0.05,n)$	2.020	2.020	2.020	2.020
$\lambda(0.01,n)$	2.139	2.139	2.139	2.139
异常值判断	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值

表 11 国标（北京）检验认证有限公司的精密度试验结果

样品编号	1#	2#	3#	5#
测定值/%	0.276	0.539	1.197	2.010
	0.258	0.523	1.215	1.985
	0.266	0.529	1.207	1.971
	0.278	0.535	1.201	1.987
	0.269	0.537	1.229	1.976
	0.273	0.523	1.215	1.991
	0.281	0.525	1.209	1.986
平均值/%	0.272	0.530	1.210	1.987

标准偏差 (%)	0.0080	0.0070	0.011	0.012
相对标准偏差 (%)	2.902	1.286	0.873	0.625
Gn	1.194680214	1.299207108	1.757827102	1.886179196
G1	1.719615459	1.047747668	1.271044212	1.253619099
$\lambda (0.05,n)$	2.020	2.020	2.020	2.020
$\lambda (0.01,n)$	2.139	2.139	2.139	2.139
异常值判断	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值

表 12 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司的精密度试验结果

样品	1#	2#	3#	5#
测定值 (%)	0.258	0.573	1.306	2.057
	0.279	0.570	1.355	2.037
	0.276	0.583	1.358	2.016
	0.286	0.577	1.366	2.066
	0.264	0.585	1.392	2.062
	0.281	0.573	1.343	2.016
	0.288	0.554	1.370	2.010
平均值 (%)	0.276	0.574	1.356	2.038
标准偏差 (%)	0.011	0.010	0.027	0.024
相对标准偏差 (%)	4.040	1.783	1.967	1.181
Gn	1.076186296	1.117343137	1.360911754	1.17561086
G1	1.614279444	1.913450123	1.864556261	1.151861146
$\lambda (0.05,n)$	2.020	2.020	2.020	2.020
$\lambda (0.01,n)$	2.139	2.139	2.139	2.139
异常值判断	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值

表 13 赣州冶研所检测技术服务有限公司的精密度试验结果

样品	1#	2#	3#	5#
测定值/%	0.273	0.554	1.251	1.854
	0.275	0.543	1.261	1.888

	0.271	0.545	1.257	1.860
	0.282	0.526	1.223	1.890
	0.264	0.536	1.219	1.872
	0.273	0.548	1.243	1.882
	0.267	0.524	1.227	1.894
平均值/%	0.272	0.539	1.240	1.877
标准偏差 (%)	0.005	0.010	0.016	0.014
相对标准偏差 (%)	1.968	1.931	1.278	0.766
Gn	1.703660427	1.294948839	1.218190358	1.085542338
G1	1.407371657	1.3711223	1.234877897	1.490320836
λ (0.05,n)	2.020	2.020	2.020	2.020
λ (0.01,n)	2.139	2.139	2.139	2.139
异常值判断	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值

表 14 郴州市产品质量监督检验所的精密度试验结果

样品	1#	2#	3#	5#
测定值/%	0.284	0.572	1.301	1.993
	0.275	0.565	1.280	2.051
	0.278	0.556	1.294	2.014
	0.281	0.570	1.312	2.063
	0.276	0.576	1.309	1.981
	0.279	0.564	1.336	2.045
	0.287	0.552	1.284	1.989
平均值/%	0.280	0.565	1.302	2.019
标准偏差 (%)	0.00432	0.00862	0.01905	0.03337
相对标准偏差 (%)	1.5430	1.5260	1.4628	1.6522
Gn	1.620185175	1.27585371	1.865294161	0.792082413
G1	1.157275125	1.507827112	1.307449179	1.151730643

$\lambda (0.05,n)$	2.020	2.020	2.020	2.020
$\lambda (0.01,n)$	2.139	2.139	2.139	2.139
异常值判断	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值

表 15 昆明冶金研究院有限公司的精密度试验结果

样品	1#	2#	3#	5#
测定值/%	0.279	0.557	1.187	1.885
	0.283	0.525	1.212	1.987
	0.290	0.540	1.179	1.937
	0.273	0.567	1.260	1.915
	0.285	0.545	1.244	1.879
	0.282	0.552	1.219	1.921
	0.275	0.541	1.237	1.989
	0.271	0.532	1.216	1.992
	0.278	0.546	1.223	2.004
平均值/%	0.280	0.545	1.220	1.945
标准偏差 (%)	0.006	0.013	0.026	0.049
相对标准偏差 (%)	2.18	2.33	2.12	2.50
Gn	1.716411912	1.733842894	1.56347192	1.20521228
G1	1.405996992	1.576220812	1.576393175	1.367584333
$\lambda (0.05,n)$	2.215	2.215	2.215	2.215
$\lambda (0.01,n)$	2.387	2.387	2.387	2.387
异常值判断	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值

表 16 湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司的精密度试验结果

样品	1#	2#	3#	5#
测定值/%	0.269	0.556	1.338	1.989
	0.269	0.552	1.309	2.063
	0.267	0.544	1.336	2.101

	0.258	0.543	1.281	1.981
	0.253	0.528	1.325	1.973
	0.271	0.559	1.317	2.035
	0.264	0.521	1.351	2.042
平均值/%	0.264	0.543	1.32	2.03
标准偏差 (%)	0.0066	0.014	0.023	0.047
相对标准偏差 (%)	2.51	2.62	1.74	2.34
Gn	0.99121665	1.104092729	1.241900693	1.573168915
G1	1.723855044	1.565804233	1.800756005	1.121973242
$\lambda (0.05,n)$	2.020	2.020	2.020	2.020
$\lambda (0.01,n)$	2.139	2.139	2.139	2.139
异常值判断	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值

五、精密度试验的统计分析

1) 原始数据统计与处理

1.1 原始数据

根据各单位的精密度实验数据统计成以下表格以供后续方便数据处理。

表 17 各单位原始数据整理

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
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

1.2 单元平均值

根据表 17 计算单元平均值可得下表。

表 18 单元平均值整理

实验室	水平			
	1	2	3	4
1	0.2702	0.5595	1.2619	1.9792
2	0.2617	0.4823	1.2147	1.9779
3	0.2716	0.5301	1.2104	1.9866
4	0.2760	0.5736	1.3557	2.0377
5	0.2721	0.5394	1.2401	1.8771
6	0.2800	0.5650	1.3054	2.0194
7	0.2796	0.5450	1.2197	1.9454
8	0.2644	0.5433	1.3224	2.0263

1.3 单元离散度（标准差）

根据表 17 和表 18 计算出单元离散度，列表如下。

表 19 单元内离散度整理

实验室	水平
-----	----

	1	2	3	4
1	0.00641365	0.008703688	0.030604144	0.037736994
2	0.003946065	0.005122313	0.014840421	0.012019825
3	0.00789213	0.006817345	0.010564992	0.01242118
4	0.011150486	0.010228345	0.026662797	0.02406044
5	0.005785861	0.011252513	0.017121415	0.015528775
6	0.004320494	0.008621678	0.016389602	0.033365936
7	0.006085045	0.012688578	0.025797287	0.048585263
8	0.006629659	0.014232759	0.02300621	0.047492857

1.4 单元方差

根据表 19 计算出单元方差，结果如下：

表 20 单元方差

实验室	水平			
	1	2	3	4
1	4.11349E-05	7.57542E-05	0.000936614	0.001424081
2	1.55714E-05	2.62381E-05	0.000220238	0.000144476
3	6.22857E-05	4.64762E-05	0.000111619	0.000154286
4	0.000124333	0.000104619	0.000710905	0.000578905
5	3.34762E-05	0.000126619	0.000293143	0.000241143
6	1.86667E-05	7.43333E-05	0.000268619	0.001113286
7	3.70278E-05	0.000161	0.0006655	0.002360528
8	4.39524E-05	0.000202571	0.000529286	0.002255571

1.5 一致性检验

根据 GB/T 6379.2-2004 计算出曼德尔的 h 统计量和 k 统计量，并分别绘制出图 1 和图 2。

查表可知其显著性水平为 1% 时曼德尔统计量 h 和 k 的统计量分别为 2.06 和 1.59 (p 取 8, n 取 7)，显著性水平为 5% 时曼德尔统计量 h 和 k 的统计量分别为 1.75 和 1.41 (p 取 8, n 取 7)。其中图 1 实验室 2 的水平 2 的 h 值略超出显著性水平为 1% 时的曼德尔统计量 h，在后续柯克伦检验和格拉布斯检验的判定结果中实验室 2 的水平 2 不是离群值，因此决定该实验室水平结果保留。此外，图 2 实验室 4 的水平 1 的 k 值略超出显著性水平为 1% 时的曼德尔统计量 k，在后续柯克伦检验和格拉布斯检验的判定结果中实验室 4 的水平 1 不是离群值，因此决定该实验室水平结果保留。

图 1 曼德尔统计量 h

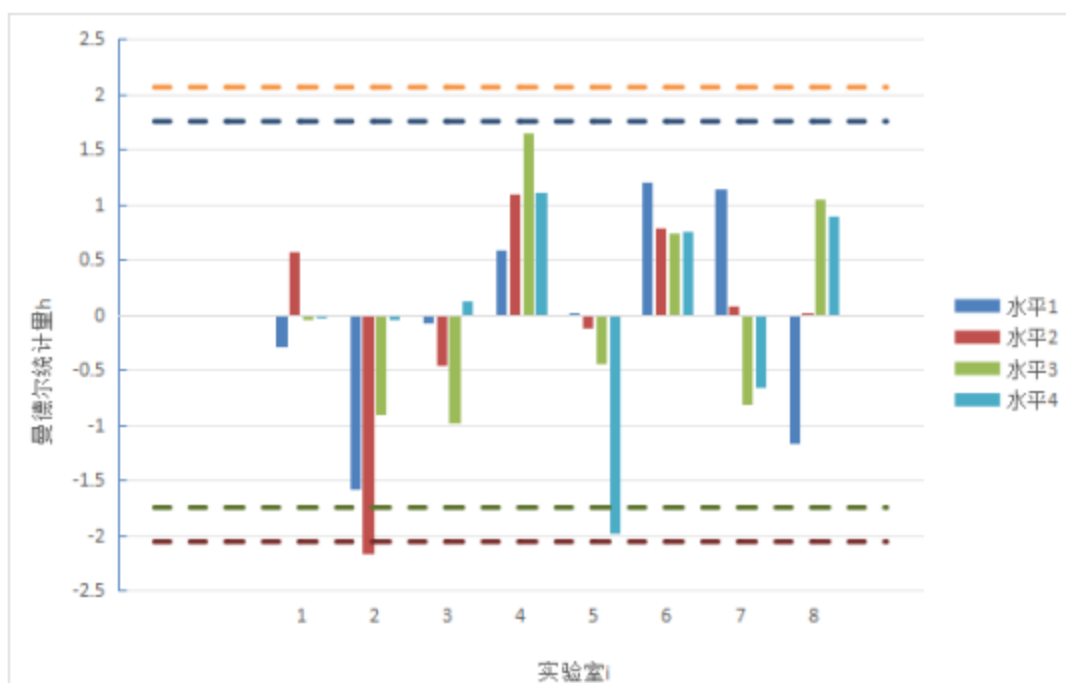
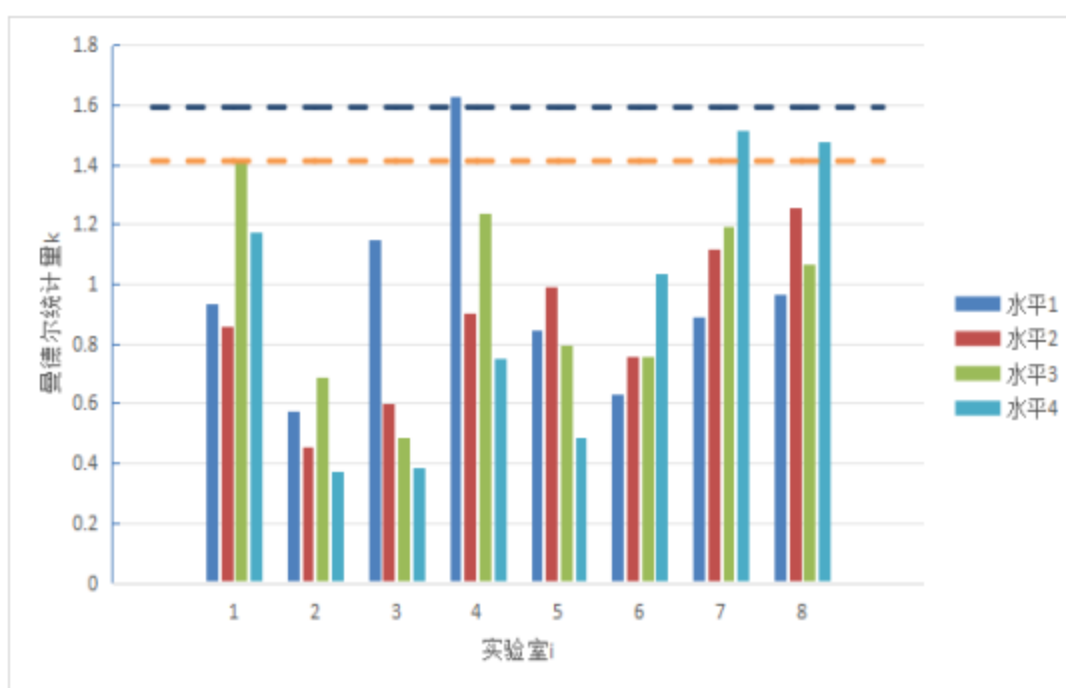


图 2 曼德尔统计量 k



2) 离群值检验

2.1 柯克伦检验

采用柯克伦 (Cochran) 法对每个样品水平的测试数据进行等精度检验。将一个数据组中的最大方差与该数据组的方差和进行比较, 按照下式计算统计量 C_{max} :

$$C_{\max} = s_{\max}^2 / \sum_{i=1}^m s_i^2$$

根据所取显著性水平 α 、实验室数 p 和重复测定次数 n ，查得 *Cochran* 临界值 $C(\alpha, p, n)$ 。当统计量 C_{\max} 小于显著性水平 $\alpha=0.05$ 下的临界值，则判定为非异常值；当 C_{\max} 大于显著性水平 $\alpha=0.05$ 下的临界值，且小于显著性水平 $\alpha=0.01$ 下的临界值时，则判定为岐离值，此时该测量值若非技术错误导致，则仍可计入后续统计；当 C_{\max} 大于显著性水平 $\alpha=0.01$ 下的临界值时，则判定为离群值，应当剔除。

表 21 柯克伦 (Cochran) 等精度检验结果

实验室 \ 样品编号	1#			2#		
	si/%	si ² /%	n	si/%	si ² /%	n
1	0.00641365	4.11349E-05	11	0.008703688	7.57542E-05	11
2	0.003946065	1.55714E-05	7	0.005122313	2.62381E-05	7
3	0.00789213	6.22857E-05	7	0.006817345	4.64762E-05	7
4	0.011150486	0.000124333	7	0.010228345	0.000104619	7
5	0.005785861	3.34762E-05	7	0.011252513	0.000126619	7
6	0.004320494	1.86667E-05	7	0.008621678	7.43333E-05	7
7	0.006085045	3.70278E-05	9	0.012688578	0.000161	9
8	0.006629659	4.39524E-05	7	0.014232759	0.000202571	7
s_{\max}^2	0.000124333			0.000202571		
$\sum_{i=1}^m s_i^2$	0.000376448			0.000817611		
$C_{\max} = s_{\max}^2 / \sum_{i=1}^m s_i^2$	0.330279882			0.247760057		
$C(\alpha, m, n)$	$C(0.05, 6, 8)=0.360$			$C(0.05, 6, 8)=0.360$		
	$C(0.01, 6, 8)=0.423$			$C(0.01, 6, 8)=0.423$		
判定结果	无异常值			无异常值		

实验室 \ 样品编号	3#			5#		
	si/%	si ² /%	n	si/%	si ² /%	n
1	0.030604144	0.000936614	11	0.037736994	0.001424081	11
2	0.014840421	0.000220238	7	0.012019825	0.000144476	7
3	0.010564992	0.000111619	7	0.01242118	0.000154286	7

4	0.026662797	0.000710905	7	0.02406044	0.000578905	7
5	0.017121415	0.000293143	7	0.015528775	0.000241143	7
6	0.016389602	0.000268619	7	0.033365936	0.001113286	7
7	0.025797287	0.000665500	9	0.048585263	0.002360528	9
8	0.02300621	0.000529286	7	0.047492857	0.002255571	7
s_{\max}^2	0.000936614			0.002360528		
$\sum_{i=1}^m s_i^2$	0.003735923			0.008272275		
$C_{\max} = s_{\max}^2 / \sum_{i=1}^m s_i^2$	0.250704738			0.285354117		
$C(\alpha, m, n)$	$C(0.05, 6, 8)=0.360$			$C(0.05, 6, 8)=0.360$		
	$C(0.01, 6, 8)=0.423$			$C(0.01, 6, 8)=0.423$		
判定结果	无异常值			无异常值		

从上表结果可知，以上数据无歧离值或离群值。

2.2 格拉布斯检验

在每个样品水平中将各实验室精密度测试结果的平均值重新组成一组新的数据组，视为单次测定值，计算新数据组的总平均值 \bar{x} 和单次测量标准偏差 s ；采用格拉布斯（*Grubbs*）法对每个样品水平进行离群值检验，结果见下表所示。

表 22 组间格拉布斯（*Grubbs*）离群值检验结果

实验室 \ 样品编号	1#	2#	3#	5#
1	0.270	0.560	1.262	1.979
2	0.262	0.482	1.215	1.978
3	0.272	0.530	1.210	1.987
4	0.276	0.574	1.356	2.038
5	0.272	0.539	1.240	1.877
6	0.280	0.565	1.305	2.019
7	0.280	0.545	1.220	1.945
8	0.264	0.543	1.322	2.026
总平均值 \bar{x}	0.272	0.542	1.266	1.981
标准偏差 s	0.006585725	0.028170515	0.055210587	0.05187701
Gn	1.221927156	1.110900643	1.619500649	1.089392232

G1	0.214181577	0.434139378	0.747408513	1.723110192
$\lambda(0.05,8)$	2.126	2.126	2.126	2.126
$\lambda(0.01,8)$	2.274	2.274	2.274	2.274
判定结果	无异常值	无异常值	无异常值	无异常值

2.3 重复性限和再现性限的计算

根据 GB/T 6379.2-2004 的要求对每个样品水平的测试数据进行统计，计算方法的重复性限和再现性限。

表 23 重复性限和再现性限计算结果

实验室 \ 样品编号	1#		2#	
	平均值/%	方差	平均值/%	方差
1	0.270	4.11349E-05	0.560	7.57542E-05
2	0.262	1.55714E-05	0.482	2.62381E-05
3	0.272	6.22857E-05	0.530	4.64762E-05
4	0.276	0.000124333	0.574	0.000104619
5	0.272	3.34762E-05	0.539	0.000126619
6	0.280	1.86667E-05	0.565	7.43333E-05
7	0.280	3.70278E-05	0.545	0.000161000
8	0.264	4.39524E-05	0.543	0.000202571
总平均值 \bar{x} /%	0.272		0.542	
方差和	0.000376448		0.000817611	
重复性标准差 Sr^2	4.62460E-05		0.000102420	
实验室间标准差 SL^2	3.57068E-05		0.000727597	
再现性标准差 SR^2	8.19529E-05		0.000830017	
Sr	0.006800443		0.010120281	
SR	0.009052782		0.028810021	
r	0.019245255		0.028640395	
R	0.025619374		0.081532361	

实验室 \ 样品编号	3#		5#	
	平均值/%	方差	平均值/%	方差

1	1.262	0.000936614	1.979	0.001424081
2	1.215	0.000220238	1.978	0.000144476
3	1.210	0.000111619	1.987	0.000154286
4	1.356	0.000710905	2.038	0.000578905
5	1.240	0.000293143	1.877	0.000241143
6	1.305	0.000268619	2.019	0.001113286
7	1.220	0.000665500	1.945	0.002360528
8	1.322	0.000529286	2.026	0.002255571
总平均值 $\bar{x}/\%$	1.266		1.981	
方差和	0.003735923		0.008272275	
重复性标准差 Sr^2	0.00050913		0.001112056	
实验室间标准差 SL^2	0.002778285		0.002343644	
再现性标准差 SR^2	0.003287414		0.003455700	
Sr	0.022563898		0.033347505	
SR	0.057335978		0.058785206	
r	0.063855832		0.094373439	
R	0.162260817		0.166362133	

对本方法 5 个样品水平精密度测试结果的平均值及对应的重复性限和再现性限进行汇总，见下表所示。

表 24 各样品水平的平均值、重复性限 (r) 和再现性限 (R)

w/%	0.272	0.542	1.266	1.981
r	0.019	0.029	0.064	0.094
R	0.026	0.082	0.162	0.166
注：95%置信概率。				

六、标准中涉及的专利情况

本标准不涉及专利问题。

七、标准预期达到的社会效益等情况

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等过程。此外，钨、钼、铋、锡等金属是现代工业和高科技产业不可或缺的重要原料，钨主要用于制造合金、硬质合金等，钼用于钢铁工业，铜在电气和电子工业中应用广泛，铋用于医药和化工领域。同时钨、钼、铋、锡等金属也在半导体、太阳能电池、超级合金等高科技领域发挥了推动性的作用。

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。

目前针对钨钼铋锡多金属矿中的硫分析方法主要包括燃烧中和滴定法和燃烧电导法，而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，为钨钼铋多金属矿中的硫分析方法提供了新的出路。红外碳硫仪的高频红外吸收法在保证测定结果准确的同时大大减少了时间成本，提高了检测效率，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。

八、采用国际标准和国外先进标准的情况

无。

九、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本标准的技术内容与现行相关法律、法规和强制性国家标准没有冲突。在标准制定过程中充分考虑到了国内外钨钼铋锡多金属矿相关产品标准的技术内容，制定后硫元素的测定范围完全覆盖了目前所有的钨钼铋锡多金属矿品位，能够与国内外现行的钨钼铋锡多金属矿产品标准配套使用。本标准内容全面、条款详细、格式规范，符合 GB/T 1.1-2020 的相关要求。

十、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

十一、标准性质的建议说明

根据标准化法和有关文件规定，建议本标准性质为推荐性行业标准。

十二、贯彻标准的要求和措施建议

1. 在标准实施前应保证标准文本在铋精矿相关生产和应用单位及检测机构中有充足的供应，这是保证新标准贯彻实施的基础。

2. 针对标准使用的不同对象，有侧重地开展标准的宣贯培训，以保证标准的贯彻实施。

3. 对于标准使用过程中出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

4. 建议本标准批准发布 6 个月后实施。

十三、废止现行相关标准的建议

无。

十四、其他应予说明的事项

无。