



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.10—2017
代替 GB/T 1819.10—2004

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

Methods for chemical analysis of tin concentrates—
Part 10: Determination of sulfur content—
High frequency combustion with infrared absorption method
and potassium iodate titrimetric method

2017-09-29 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 1819《锡精矿化学分析方法》分为 21 个部分：

- 第 1 部分：水分的测定 热干燥法；
- 第 2 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铁量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：砷量的测定 砷铈钼蓝分光光度法和碘滴定法；
- 第 6 部分：铋量的测定 孔雀绿分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铊量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸钾分光光度法；
- 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；
- 第 11 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 12 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氢氧化钠滴定法；
- 第 13 部分：氧化镁、氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 16 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 18 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：钙、镁、铜、铅、锌、砷、铋、铊、银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 1819 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 1819.10—2004《锡精矿化学分析方法 硫量的测定 高频红外吸收法和燃烧-碘酸钾滴定法》，本部分与 GB/T 1819.10—2004 相比，主要技术变化如下：

方法 1 高频感应炉燃烧红外吸收法

- 将测定下限由原来的“0.001 0%”修改为“0.050%”；
- 对助熔剂的使用进行了修改；
- 对精密度部分进行修改；
- 增加试验报告条款。

方法 2 碘酸钾滴定法

- 将测定上限由原来的“10.00%”修改为“20.00%”；
- 标定标准滴定溶液的标准物质由原来的“硫酸铅”修改为“硫标准物质”；
- 标准滴定溶液的浓度由原来的“0.01 mol/L 和 0.02 mol/L”修改为“0.03 mol/L”；
- 对精密度部分进行修改；
- 增加试验报告条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:云南锡业股份有限公司、北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位:云南锡业集团(控股)有限责任公司、北京矿冶研究总院、天津出入境检验检疫局、鲅鱼圈出入境检验检疫局、广州有色金属研究院、宁波出入境检验检疫局、广西冶金研究院有限公司、国家有色贵金属产品质量监督检验中心(湖南)。

本部分主要起草人:海兰、彭松、钱小文、陈然、王虹、李异、周海收、韩峰、庄艾春、蒋晓光、赖心、龙达、史红兰、徐晓艳、张晨、陶进芳、黄易勤、卢燕萍、李磊、肖刘萍、周姣连。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 1829—1979;

——GB/T 1819.10—2004。

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

1 范围

GB/T 1819 的本部分规定了锡精矿中硫量的测定方法。

本部分适用于锡精矿中硫量的测定。方法 1 测定范围: 0.050%~0.50%; 方法 2 测定范围: >0.50%~20.00%。

2 方法 1 高频感应炉燃烧红外吸收法

2.1 方法提要

在助熔剂存在下, 向高频炉内通入氧气流, 使试料在高温下燃烧, 硫生成二氧化硫气体进入红外吸收池, 仪器自动测量其对红外能的吸收, 并与标准样品比较, 计算结果。

2.2 试剂与材料

2.2.1 锡助熔剂: $w_s \leq 0.000\ 5\%$ 。

2.2.2 纯铁助熔剂: $w_s \leq 0.001\ 0\%$ 。

2.2.3 钨锡助熔剂: 钨+锡(93+7), $w_s \leq 0.000\ 5\%$ 。

2.2.4 锡精矿标准样品。

2.2.5 钢标准样品。

2.2.6 载气(氧气): 纯度(体积分数)不小于 99.95%。

2.2.7 动力气: 氮气或压缩空气, 其杂质(水和油)小于 0.5%。

2.2.8 无水高氯酸镁。

2.2.9 烧碱石棉。

2.2.10 稀土氧化铜。

2.2.11 玻璃棉。

2.2.12 脱脂棉。

2.2.13 镀铂硅胶。

2.2.14 陶瓷坩埚($\Phi 24\ \text{mm} \times 24\ \text{mm}$), 使用前应在大于 1 100 °C 氧气流中灼烧 1 h~1.5 h, 取出置于干燥器内冷却备用。

2.3 仪器

2.3.1 高频感应炉燃烧红外碳硫分析仪: 硫检测器灵敏度 $\leq 0.000\ 01\%$ (或 $\leq 0.1\ \mu\text{g/g}$), 分析精度 (RSD) $\leq 0.5\%$ 。

2.3.2 高频炉功率: 1.0 kW~2.5 kW。

2.3.3 频率: $>6\ \text{MHz}$ 。