|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 73.040 |
| CCS | |  | | --- | |  |   D21 |

团体标准

P/CIQA -171—2024

钛矿石与钛精矿 硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法

Determination of sulfur content of titanium ore and titanium concentrate, high-frequency combustion infrared absorption method

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中国出入境检验检疫协会  发布

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。

本文件由中国出入境检验检疫协会综合质量服务标准化技术委员会（CIQA/TC12）提出并归口。

本文件起草单位：中国检验认证集团河北有限公司。

本文件参与单位：XXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX。

本文件版权归中国出入境检验检疫协会所有。任何单位或个人未经许可，不得以营利为目的，印制、出版、翻译、转发或复制全文或部分文字。

本文件是首次发布。

钛矿石与钛精矿 硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法

* 1. 范围

本文件规定了高频燃烧红外吸收法测定钛矿石与钛精矿中硫含量。

本文件适用于钛矿石与钛精矿中硫含量的测定。测定范围（质量分数）：0.005%～2.76%。

* 1. 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 2007.1-1987 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2-1987 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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

试样在富氧条件下于高频感应炉中加热燃烧，使硫氧化成二氧化硫，该气体经处理后进入相应的吸收池，对相应的红外辐射进行吸收再由探测器转化成对应的信号。二氧化硫吸收某特定波长的红外能，其吸收能与其浓度成正比，根据探测器接受能量的变化测得硫含量。

* 1. 试剂与材料

除非另有说明，仅使用认可的分析纯试剂。

* + 1. 高氯酸镁：无水，粒度为0.7mm～1.2mm。
    2. 烧碱石棉：粒状。
    3. 钨粒：硫含量（质量分数）小于0.0005%。
    4. 锡粒：硫含量（质量分数）小于0.0005%。必要时用丙酮清洗表面，并在室温下干燥。
    5. 纯铁助熔剂：硫含量（质量分数）小于0.0005%。
    6. 标准样品：钛精矿、铁矿石、磁铁矿、铁精矿。
    7. 氧气：纯度大于99.5%。
    8. 动力气源：氮气，其杂质（水和油）含量小于0.5%。
  1. 仪器和设备
     1. 红外碳硫分析仪，包括以下部分：

1. 电子天平(称量范围0.001-100g)
2. 分析仪主机(主要由高频感应加热炉、气路系统、红外气体吸收池及控制装置组成)
3. 计算机
   * 1. 陶瓷坩埚,具有精确的装配尺寸,适合于支撑柱,使其能在感应线圈内提升到准确高度,并在高温炉富氧氛围下于1000℃以上灼烧2h,然后保存在干燥器中。
     2. 气源,包括以下部分：

a) 分析气：氧气纯度≥99.5%，钢瓶压力＞3MPa，钢瓶输出压力0.35-0.40 MPa，气体流量3.0-4.0L/min。

b) 动力气：氮气或压缩空气（净化），钢瓶压力＞1Pa，钢瓶输出压力0.25-0.30 MPa, 气体流量1.0-2.0L/min。

如仪器的动力气也选配减压过滤器，则应将钢瓶输出压力调节至0.35-0.40 MPa。

* + 1. 化学试剂：高效变色干燥剂、高效二氧化碳吸收剂（碱石棉）
  1. 取样和制样

按照GB/T 2007.1-1987和GB/T 2007.2-1987进行取制样。

* 1. 分析步骤

警告：分析过程中防止烧伤,并把燃烧试样时排出的氧气排到实验室外,防止局部氧气的浓度过高着火。高频屏蔽以有效地避免辐射危险。

* + 1. 测定次数

按照附录B,对同一预干燥试样,至少独立测定两次。

注:“独立"是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中,此条件意味着在同一实验室,由同一操作员使用相同的设备,按相同的测试方法,在短时间内对同一被测对象独立进行重复测定,包括采用适当的再校准。

* + 1. 试料量

硫含量在0.005%～1.52%范围时，样品量为0.40 g。硫含量在1.52%～2.76%范围时，样品量为0.15 g。

* + 1. 空白试验

随同试样分析做空白试验，空白试验添加助熔剂方式与8.7试样分析试验一致，至少进行三次空白试验。

* + 1. 分析前准备
       1. 校准和测量试样前，应检查调试仪器，保证仪器处于正常稳定的工作状态，并确定最佳的分析条件。
       2. 完成空白校准，取三次最小且比较稳定的空白结果，计算算术平均值，并按GB/T 8170规定修约至小数点后第三位，在随后的试样测量中扣除空白。
    2. 校准曲线

根据现有钛精矿产品的硫含量范围，选取钛精矿、磁铁精矿、磁铁矿和铁矿石标样建立校准工作曲线。对标样依次进行测量，测量结果在允许差内，确认系统的线性，否则应调节系统的线性。

* + 1. 校正

根据待测试样的硫含量,选取一个标准样品(与待测试样硫含量尽可能接近)按照8.7进行试验,并按仪器操作说明书进行校正。

* + 1. 试样分析

按8.2称取试样，按照0.15g锡粒(见5.4)，0.20g纯铁助熔剂(见5.5),1.5～2.0g钨粒(见5.3)添加助熔剂于烧过的坩埚(见6.2)中，用校正时相同的条件，程序进行试验。

* 1. 分析结果及其表示
     1. 精密度

精密度函数关系见表1，精密度试验原始数据见附录B。

表1 精密度函数关系式

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 含量（质量分数）范围% | 重复性限 r | 再现性限 R |
| S | 0.005～2.76 | *r* = 0.0385X +0.0008 | *R* = 0.0390X*+* 0.0029 |
| 注：式中*X*是两个分析结果的平均值（质量分数）。 | | | |

* + 1. 分析结果的确定

按照附录A中步骤，两次独立分析结果差值的绝对值与表1规定的重复性限*r*进行比较，来确定最终的分析结果。

分析结果取可接受分析值的算术平均值，并按GB/T 8170规定修约至小数点后第三位。

* 1. 试验报告

试验报告应包括下列信息：

a) 实验室名称和地址；

b) 试验报告发布日期；

c) 本文件的编号；

d) 试样本身必要的详细说明；

e) 分析结果；

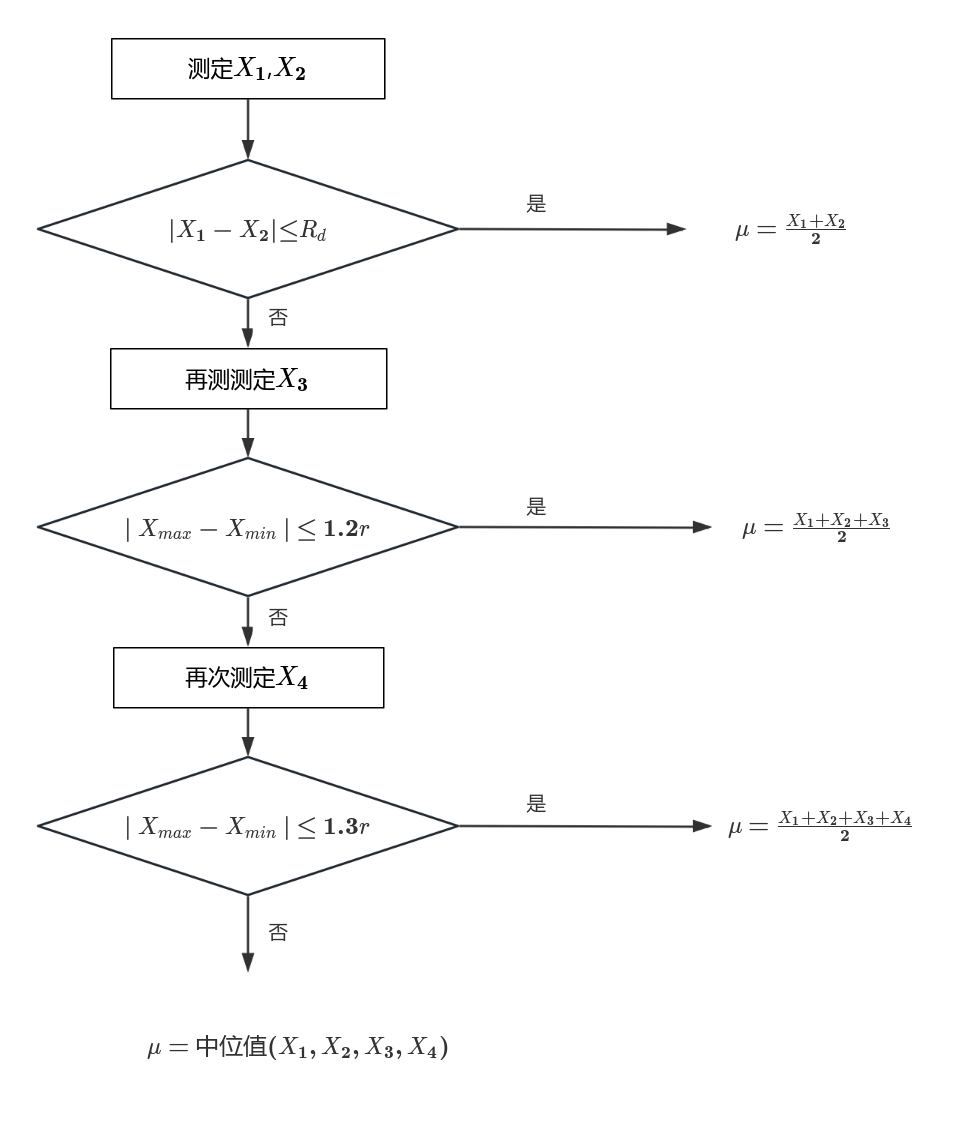
f) 测定过程中存在的任何异常特性和在本文件中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。

（规范性）

试样分析结果接受程序

试样分析结果接受程序见图A.1。

从独立的重复结果开始



图A.1 试样分析结果接受程序



（资料性）

精密度试验原始数据

精密度数据是在2025年3月～4月，由8个实验室，对10个不同水平硫含量试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平在重复性条件下独立测定3次，试验原始数据见表B.1

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室i | 水平j | | | | | | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 1 | 0.0102 | 0.0250 | 0.0879 | 0.1863 | 0.3941 | 0.5325 | 0.7224 | 1.5319 | 2.2655 | 2.6912 |
| 0.0104 | 0.0251 | 0.0871 | 0.1849 | 0.3815 | 0.5336 | 0.7152 | 1.5254 | 2.1571 | 2.8418 |
| 0.0103 | 0.0244 | 0.0887 | 0.1820 | 0.3878 | 0.5374 | 0.7317 | 1.5108 | 2.2209 | 2.7535 |
| 2 | 0.0109 | 0.0254 | 0.0878 | 0.1849 | 0.3988 | 0.5319 | 0.7196 | 1.5086 | 2.1735 | 2.7985 |
| 0.0114 | 0.0243 | 0.0890 | 0.1817 | 0.3838 | 0.5375 | 0.7363 | 1.5111 | 2.1521 | 2.8410 |
| 0.0113 | 0.0261 | 0.0911 | 0.1843 | 0.4007 | 0.5410 | 0.7296 | 1.5257 | 2.2028 | 2.7394 |
| 3 | 0.0107 | 0.0248 | 0.0900 | 0.1865 | 0.3913 | 0.5323 | 0.7297 | 1.5177 | 2.2038 | 2.8006 |
| 0.0111 | 0.0239 | 0.0906 | 0.1826 | 0.3924 | 0.5387 | 0.7374 | 1.5299 | 2.2093 | 2.8437 |
| 0.0113 | 0.0235 | 0.0897 | 0.1811 | 0.3910 | 0.5369 | 0.7496 | 1.5207 | 2.2032 | 2.7400 |
| 4 | 0.0117 | 0.0265 | 0.0886 | 0.1823 | 0.3927 | 0.5328 | 0.7414 | 1.5201 | 2.2484 | 2.7494 |
| 0.0109 | 0.0240 | 0.0927 | 0.1819 | 0.3849 | 0.5350 | 0.7364 | 1.5331 | 2.1702 | 2.7555 |
| 0.0111 | 0.0264 | 0.0870 | 0.1829 | 0.3867 | 0.5313 | 0.7392 | 1.5342 | 2.1456 | 2.7576 |
| 5 | 0.0113 | 0.0240 | 0.0920 | 0.1834 | 0.3978 | 0.5319 | 0.7632 | 1.5369 | 2.1924 | 2.7857 |
| 0.0103 | 0.0258 | 0.0923 | 0.1817 | 0.3893 | 0.5347 | 0.7316 | 1.5388 | 2.2432 | 2.7798 |
| 0.0111 | 0.0247 | 0.0877 | 0.1827 | 0.3654 | 0.5332 | 0.7353 | 1.5150 | 2.2592 | 2.7492 |
| 6 | 0.0113 | 0.0265 | 0.0929 | 0.1877 | 0.4099 | 0.5428 | 0.7449 | 1.5205 | 2.2213 | 2.7913 |
| 0.0110 | 0.0249 | 0.0899 | 0.1806 | 0.3912 | 0.5299 | 0.7574 | 1.5489 | 2.2220 | 2.7699 |
| 0.0101 | 0.0240 | 0.0921 | 0.1869 | 0.3910 | 0.5261 | 0.7489 | 1.4906 | 2.2194 | 2.7492 |
| 7 | 0.0120 | 0.0243 | 0.0919 | 0.1877 | 0.4101 | 0.5333 | 0.7192 | 1.4936 | 2.2393 | 2.8176 |
| 0.0105 | 0.0241 | 0.0922 | 0.1803 | 0.3968 | 0.5294 | 0.7298 | 1.5461 | 2.2431 | 2.8212 |
| 0.0110 | 0.0253 | 0.0872 | 0.1853 | 0.4134 | 0.5425 | 0.7147 | 1.5337 | 2.2403 | 2.8033 |
| 8 | 0.0102 | 0.0259 | 0.0921 | 0.1862 | 0.4084 | 0.5422 | 0.7237 | 1.4902 | 2.1937 | 2.7791 |
| 0.0117 | 0.0248 | 0.0926 | 0.1809 | 0.4101 | 0.5382 | 0.7284 | 1.5255 | 2.1989 | 2.7803 |
| 0.0102 | 0.0256 | 0.0904 | 0.1875 | 0.4093 | 0.5296 | 0.7297 | 1.5498 | 2.2010 | 2.7785 |

