



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

无机化工产品中总硫含量的测定 高频感应 炉燃烧红外吸收法

Determination of total sulfur content in inorganic chemical products—Infrared
absorption method after combustion in an induction furnace

（征求意见稿）

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC 63）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

无机化工产品中总硫含量的测定

高频感应炉燃烧红外线吸收法

警告：本文件中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

本文件规定了高频感应炉燃烧红外吸收法测定无机化工产品中总硫的方法原理、试剂或材料、仪器设备、试验步骤、试验数据处理、精密度。

本文件适用于无机化工固体产品中总硫含量的测定，测定范围（质量分数）为0.000 5 %～40.0 %。不适用于易燃易爆、具有腐蚀性的无机化工产品。

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 6678 化工产品采样总则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

总硫 total sulfur

标准物质或无机化工产品中含有的硫的各种形态的总含量。

4 样品的制备

4.1 按照产品标准检验规则或者按照 GB/T 6678 的中要求进行采样。

4.2 试样经研磨后应全部通过 0.125 mm 试验筛。

注：易吸水的试样应置于称量瓶中，于 105 °C±2 °C 电热恒温干燥箱中干燥 2 h，取出，置于干燥器中，冷却至室温，备用。

5 原理

试样在高频感应炉的氧气流中加热燃烧，各价态硫生成二氧化硫，二氧化硫由氧气载至红外检测器，二氧化硫吸收特定波长的红外能，其吸收能与其质量浓度成正比，根据检测器接收能量的变化测得总硫含量。

6 试剂或材料

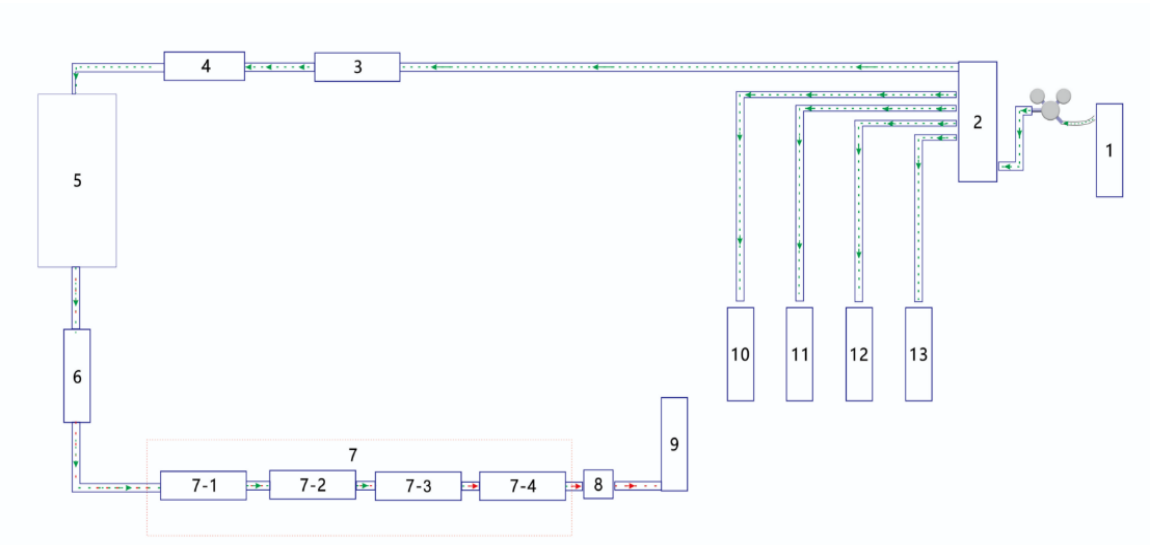
- 6.1 高氯酸镁。
- 6.2 助熔剂纯铁：纯度 $\geq 99.8\%$ ，硫含量 $\leq 0.0005\%$ ，粒度 $\leq 1.25\text{ mm}$ 。
- 6.3 助熔剂钨粒：硫含量 $\leq 0.0005\%$ ，粒度 $0.4\text{ mm}\sim 0.8\text{ mm}$ 。
- 6.4 助熔剂锡粒：硫含量 $\leq 0.0005\%$ 。
- 6.5 标准物质：与待测样品硫含量相近的标准物质。或与被测物性质相近且含量相近的其他的标准物质。
- 6.6 烧碱石棉。
- 6.7 氧气：纯度 $\geq 99.5\%$ 。

7 仪器设备

- 7.1 高频感应炉红外碳硫分析仪：分辨率为 0.1×10^{-6} ，配备如下：
 - a) 气源：载气系统、动力气源系统；
 - b) 高频感应炉；
 - c) 测量系统：电子天平，感量为 0.0001 g 、红外检测系统；

注：在燃烧过程中产生卤族元素的试样需配置卤素捕集装置。

高频感应炉红外碳硫分析仪装置图见图 1。



标引序号说明：

- 1——氧气瓶；
- 2——分配器；
- 3——氧气净化管；
- 4——压力调节阀；
- 5——高频感应炉；
- 6——载气净化管；
- 7-1,7-2,7-3,7-4——红外检测器；
- 8——出口；
- 9——转子流量计；
- 10——送样气缸；
- 11——刷尘气缸；
- 12——排尘气缸；
- 13——吸尘气缸。

图 1 高频感应炉红外碳硫分析仪装置图

7.2 电热恒温干燥箱。

7.3 高温炉。

7.4 瓷坩埚： ϕ 24 mm×24 mm、 ϕ 25 mm×25 mm，能够耐高频感应炉燃烧，硫空白值控制在不大于 0.000 5 %，使用前在不低于 1250 °C 的高温电炉中灼烧 4 h，保存于干燥器中。

7.5 坩埚钳。

8 试验步骤

8.1 空白试验

称取 0.3 g 助熔剂纯铁、0.2 g 助熔剂锡粒、1.5 g 助熔剂钨粒，精确至 0.001 g，置于瓷坩埚内，用坩埚钳将坩埚置于高频感应炉坩埚座上，在最佳仪器条件下，输入待测试料的质量，进行测定。重复测定（不少于 3 次）直到读数稳定为止，记录最后 3 次读数，重复足够次，计算平均值。将平均值输入仪器中，仪器在测量试料时进行空白值的电子补偿。

当分析条件变化时，如氧气源、坩埚或助熔剂的空白值已发生改变时，重新测定空白值并校正。

注：可根据仪器和试样确定试验中所用助熔剂的种类和量。

8.2 校正试验

8.2.1 单点校准

根据待测试样的总硫含量，选择相应的量程及通道，用一个标准物质进行校正，标准物质的硫含

量应与待测试样的硫含量接近。至少测定三次。校正后测定标准物质，测定结果应在允许差内，否则再次进行校正。

8.2.2 多点校准

根据待测试样的总硫含量，选择相应的量程及通道，选取不少于三个不同硫含量的标准物质依次进行测定（待测试样的总硫含量在标准物质的硫含量范围之内）。测定结果应在允许差内，否则再次进行校正。

8.3 试验

称取试样，推荐的称样质量见表1，精确至0.000 2 g，置于瓷坩埚内，在仪器的最佳测定条件，在仪器上输入试料的质量，均匀覆盖0.3 g助熔剂纯铁、0.2 g助熔剂锡粒、1.5 g助熔剂钨粒，精确至0.001 g。用坩埚钳将坩埚置于炉台坩埚座上，进行测定，在仪器上读取结果。

注：可根据仪器和试样确定试验中所用助熔剂的种类和量。

表1

总硫（质量分数）w/%	称样量（g）
<0.01	0.2
0.01~0.1	0.1~0.2
0.1~1	0.05~0.1
1~40	0.05

9 试验数据处理

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的相对偏差不大于 20 %。

10 精密度

精密度用相对标准偏差（RSD）表示。取同一样品平行测定至少8次，计算相对标准偏差。

相对标准偏差RSD按公式（2）计算：

$$RSD = \frac{1}{\bar{x}} \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：
 \bar{x} ——测定值的平均值；
 x_i ——个别测定值；
 n ——测定次数。