

附录 A  
(资料性附录)

本部分的有关说明

- A.1 高温燃烧法测定硫量,一般都采用氧化铜作为助熔剂,这不仅降低体系的熔点,帮助矿样的分解,由于铜、铅、锌生成合金,抑制铅、锌的挥发,而且避免了阻塞现象和重现性不佳的情况。
- A.2 对在高温燃烧法中难于分解的试料,加入石英粉和铜片,也可得到好的回收率。
- A.3 燃烧中和法测定硫量时,高含量的 Mo、F<sup>-</sup> 对结果有正干扰。

GB/T 14353.12—2010



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.12—2010  
代替 GB/T 14353.12—1993

## 铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第 12 部分:硫量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—  
Part 12: Determination of sulfur content



GB/T 14353.12—2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-41018

定价: 16.00 元

2010-11-10 发布

2011-02-01 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

中华人民共和国  
国家标准  
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法  
第12部分：硫量测定  
GB/T 14353.12—2010

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码：100045  
网址 www.spc.net.cn  
电话：68523946 68517548  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字  
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷  
\*  
书号：155066·1-41018 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话：(010)68533533

5.4 试样

- 5.4.1 按照 GB/T 14505 的相关要求,加工试样的粒径应小于 97 μm。
- 5.4.2 试样应在 60 °C~80 °C干燥 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

根据试样中硫量,称取 0.1 g~0.5 g 试料,精确至 0.1 mg。

5.5.2 空白试验

将高温管式炉升温至 1 200 °C~1 300 °C,通入气流,检查仪器装置是否漏气,随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

5.5.3 验证试验

随同试料分析同类型矿种、含量相近的标准物质。

5.5.4 测定

- 5.5.4.1 将试料(5.5.1),置于已经经高温灼烧过的瓷舟内,覆盖 0.2 g 氧化铜(5.2.1)助熔剂(参见附录 A)。
- 5.5.4.2 分取 100 mL 过氧化氢吸收液(5.2.2),置于吸收瓶内,将盛有试料的瓷舟推入已升温到 1 200 °C~1 300 °C的瓷管内,预热 30 s,然后通入气流,调节气流速度,使吸收液每秒钟起 2 个~3 个气泡。再高温灼烧 5 min~10 min,此时,吸收液因吸收二氧化硫气体而呈红色,用氢氧化钠标准溶液(5.2.3)滴定吸收液至稳定的亮绿色为终点,记录氢氧化钠标准溶液消耗的体积数。

5.6 结果计算

硫量以质量分数 w(S)计,数值用%表示,按式(5)计算:

$$w(S) = \frac{T(V_1 - V_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- T——氢氧化钠标准溶液相当于硫的量,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V<sub>1</sub>——滴定试料溶液消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V<sub>0</sub>——滴定空白试验溶液(5.5.2)消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m——试料量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.7 精密度

高温燃烧中和法测定硫量的精密度见表 5。

表 5 高温燃烧中和法精密度 %

| 元素 | 水平范围 <i>m</i> | 重复性限 <i>r</i>     | 再现性限 <i>R</i>      |
|----|---------------|-------------------|--------------------|
| S  | 1.75~8.39     | $r=0.011+0.0479m$ | $R=-0.018+0.1516m$ |

注:精密度数据由 6 个实验室对 5 个水平的试样进行试验确定。

表 4 高温燃烧碘量法的精密度 %

| 元 素                              | 水平范围 <i>m</i> | 重复性限 <i>r</i>        | 再现性限 <i>R</i>      |
|----------------------------------|---------------|----------------------|--------------------|
| S                                | 0.37~10.7     | $r=0.0318m^{0.6356}$ | $R=0.0167+0.0833m$ |
| 注：精密度数据由 4 个实验室对 4 个水平的试样进行试验确定。 |               |                      |                    |

## 5 高温燃烧中和法

### 5.1 原理

试料在助熔剂存在下,在空气或氧气流中,于 1 200 °C~1 300 °C 高温燃烧,硫化物、硫酸盐、单质硫等硫元素均生成二氧化硫,随气流载入过氧化氢吸收液中,转化为硫酸,以甲基红-次甲基蓝混合溶液作指示剂,用氢氧化钠溶液滴定。

### 5.2 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用符合国家标准 GB/T 6682 分析实验室用水和分析纯试剂。

#### 5.2.1 氧化铜。

#### 5.2.2 过氧化氢吸收液(1+24)：

取过氧化氢 25 mL,用水稀释到 600 mL,摇匀,加入 25 mL 甲基红溶液(5.2.4)和 5 mL~6 mL 次甲基蓝溶液(5.2.5),摇匀,储存于装有苏打石棉管的磨口瓶中。

#### 5.2.3 氢氧化钠标准溶液的配制和标定：

- 氢氧化钠标准溶液(2 g/L)的配制:称取 2 g 氢氧化钠溶解于 1 L 水中,用塑料瓶保存;
- 标定:称取与试样同矿种且含硫量大致相当的标准物质样品三份,按照分析步骤(5.5.3~5.5.4)进行标定。(三份样品所消耗的碘酸钾标准溶液的体积极差值不超过 0.20 mL,即可取其平均值)。并同时瓷舟,助熔剂的三份空白测定。计算氢氧化钠标准溶液相当于硫的滴定度。

氢氧化钠标准溶液相当于硫的滴定度按式(4)计算：

$$T = \frac{cm}{100 \times (V - V_0)} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

*T*——氢氧化钠标准溶液相当于硫的量,单位为克每毫升(g/mL);

*c*——标准样品中硫的含量,单位为质量分数(%);

*m*——称取标准物质的质量,单位为克(g);

*V*——滴定试料溶液所消耗的氢氧化钠标准溶液的平均体积,单位为毫升(mL);

*V*<sub>0</sub>——滴定空白试验时所消耗的氢氧化钠标准溶液的平均体积,单位为毫升(mL)。

#### 5.2.4 甲基红溶液(2 g/L)：

称取 0.2 g 甲基红指示剂,溶于 60 mL 无水乙醇中,用水稀释至 100 mL,摇匀。

#### 5.2.5 次甲基蓝溶液(2 g/L)：

称取 0.2 g 次甲基蓝指示剂,溶于 100 mL 水中,摇匀。

## 5.3 仪器和设备

### 5.3.1 管式燃烧炉。

瓷管:21 mm×25 mm×600 mm,未上釉的一级瓷管,一端为尖嘴形。

瓷舟:77 mm 或 88 mm,于 1 000 °C 灼烧 1 h,保存在干燥器中。

测定装置如图 1 所示。

分析天平:三级,感量 0.1 mg。

## 前 言

GB/T 14353《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分:铜量测定;
- 第 2 部分:铅量测定;
- 第 3 部分:锌量测定;
- 第 4 部分:镉量测定;
- 第 5 部分:镍量测定;
- 第 6 部分:钴量测定;
- 第 7 部分:砷量测定;
- 第 8 部分:铋量测定;
- 第 9 部分:钼量测定;
- 第 10 部分:钨量测定;
- 第 11 部分:银量测定;
- 第 12 部分:硫量测定;
- 第 13 部分:镓量、铟量和铊量测定;
- 第 14 部分:锗量测定;
- 第 15 部分:硒量测定;
- 第 16 部分:碲量测定;
- 第 17 部分:铈量测定;
- 第 18 部分:铜量、铅量、锌量、钴量和镍量测定。

本部分为 GB/T 14353 的第 12 部分。

本部分代替 GB/T 14353.12—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 硫的测定》。

本部分与 GB/T 14353.12—1993 相比,主要变化如下：

- 增加了警示、警告内容;
- 修改了试样干燥温度;
- 修改了试料量表(原标准中的表 1、表 3);
- 增加了高温燃烧中和法。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本部分起草单位:陕西省地质矿产实验研究所。

本部分主要起草人:胡建平、牟乃仓、王晓雁。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14353.12—1993。