

附录 A
(资料性附录)
仪器的工作参数

A.1 高频感应炉功率

一般大于 2 kW。

A.2 气体流量

氧气:3 L/min;

A.3 吹扫时间

一般为 10 s。

A.4 分析延迟时间

一般为 20 s。

A.5 硫最短分析时间

一般为 45 s。

A.6 比较器水平

一般为 1 %。

GB/T 3260.9—2013



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.9—2013
代替 GB/T 3260.10—2000

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

Methods for chemical analysis of tin—
Part 9: Determination of sulphur content—
Infra-red absorption method after high frequency induction furnace combustion



GB/T 3260.9—2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-48911

定价: 14.00 元

2013-12-17 发布

2014-09-01 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
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

GB/T 3260.9—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 0.5 字数 10 千字
2014 年 5 月第一版 2014 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48911 定价 14.00 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)68510107

8 精密度

8.1 重复性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于重复性限(R),超过重复性限(R)的情况不超过 5%,重复性限(R)按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性

$w_s/\%$	0.000 30	0.005 2	0.013 0	0.016 0
$R/\%$	0.000 20	0.000 6	0.001 0	0.002 0

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性

$w_s/\%$	0.000 30	0.005 2	0.013 0	0.016 0
$R/\%$	0.000 30	0.001 0	0.002 0	0.003 0

9 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容:

- 试样;
- 使用的标准,GB/T 3260.9—2013;
- 使用的方法;
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察的异常现象;
- 试验日期。

5 试样

用四氯化碳等有机试剂清洗干净,晾干。

6 分析步骤

6.1 仪器准备

按附录 A 确定测定条件,按仪器说明书准备仪器待用。

6.2 仪器的稳定性

6.2.1 通过燃烧几个类似于待测试样的样品来调整和稳定仪器。

6.2.2 仪器通氧循环几次,再将空白调至零。

6.3 校正仪器

6.3.1 称取 0.500 0 g 标准钢样(3.2)置于低硫瓷坩埚(3.5)中,加入 1.20 g 钨锡助熔剂(3.1)。

6.3.2 将坩埚放到炉子的支座上,升到燃烧位置,按仪器说明书中“自动”校准步骤进行操作,反复测量 2~3 个标准钢样,通过“自动”校准步骤,直到硫的结果稳定为止。

6.4 校正空白

在低硫瓷坩埚(3.5)中加入 1.20 g 钨锡助熔剂(3.1),输入质量 1.000 g,将坩埚放到炉子的支座上,升到燃烧位置,按仪器说明书中“自动”分析步骤进行操作,重复测量 3 次以上空白,得到一个重现性较好的结果。将该空白值储存于计算机中(空白值应不大于 0.000 3%)。

6.5 测定

6.5.1 称取 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g。置于低硫瓷坩埚(3.5)中,加入 1.20 g 钨锡助熔剂(3.1)。

6.5.2 将坩埚放于炉子的支座上,升到燃烧位置,按仪器说明书中“自动”分析步骤进行操作,仪器自动扣除空白值后显示并打印出硫的含量。

7 结果的计算

按式(1)计算硫含量,以质量分数 w_s 表示:

$$w_s = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——试料和试剂中硫的质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——空白中硫的质量,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后四位;若铜含量小于 0.001 0%时,表示至小数点后五位。

前 言

GB/T 3260《锡化学分析方法》分为 14 部分:

- 第 1 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法;
- 第 3 部分:铋量的测定 碘化钾分光光度法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:锑量的测定 孔雀绿分光光度法;
- 第 6 部分:砷量的测定 孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法;
- 第 7 部分:铝量的测定 电热原子吸收光谱法;
- 第 8 部分:锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法;
- 第 10 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:银量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 13 部分:钴量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 14 部分:铜、铁、铋、铅、锑、砷、铝、锌、镉、镍、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3260 的第 9 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 3260.10—2000《锡化学分析方法 硫的测定》。本部分与 GB/T 3260.10—2000 相比,主要技术内容变化如下:

- 分析方法由蒸馏-极谱法改变为高频感应炉燃烧红外吸收法;
- 测定硫的质量分数适用范围有变化:分析下限由 0.000 1%提高到 0.000 3%;
- 对文本格式进行了修改;
- 增加了重复性和再现性的内容。

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:云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分起草单位:北京有色金属研究总院、北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位:云南锡业集团有限责任公司、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人:周海收、陈然、姜求韬、徐晓艳、张丽梅、庄艾春、戴凤英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3260.10—1982;
- GB/T 3260.10—2000。