



# 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

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.gb168.cn

服务热线:400-168-0010

010-68522006

2014 年 5 月第一版

\*

书号:155066·1-48911

版权专有 侵权必究

## 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。

# 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

#### 1 范围

GB/T 3260 的本部分规定了锡中硫量的高频感应炉燃烧红外线吸收测定方法。  
本部分适用于锡中硫量的测定。测定范围为 0.000 30%~0.020 0%。

#### 2 方法提要

在助熔剂存在下,试料于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成的二氧化硫由氧气载至红外线分析器的测量室,二氧化硫吸收某特定波长的红外能,其吸收能与硫的浓度成正比。

#### 3 试剂和材料

除非另有说明外,所有试剂均为分析纯,水为国家标准规定的二级水。

- 3.1 钨锡助熔剂: $w(S) \leq 0.000 2\%$ 。
- 3.2 标准物质: $w(S)$ 在 0.000 3%~0.020%之间。
- 3.3 氧气:纯度大于 99.5%。
- 3.4 净化剂和催化剂。
  - 3.4.1 无水高氯酸镁:粒度为 0.7 mm~1.2 mm。
  - 3.4.2 烧碱石棉:粒状。
  - 3.4.3 玻璃棉。
  - 3.4.4 脱脂棉。
  - 3.4.5 镀铂硅胶。
- 3.5 低硫瓷坩埚:当待测样品中硫量大于 0.001 0%时,将低硫瓷坩埚于 1 100 °C 的氧气流中灼烧 1.5 h;当待测样品中硫量不大于 0.001 0%时,将低硫瓷坩埚于 1 100 °C 的氧气流中灼烧 4 h,于干燥器中冷却。
- 3.6 动力气:氮气、氩气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于 0.5%。

#### 4 仪器

高频感应红外碳硫分析仪。  
仪器工作条件参见附录 A。  
高频炉功率:1.0 kW ~2.5 kW。  
频率:18 MHz。  
检测器灵敏度:0.1  $\mu\text{g/g}$ 。