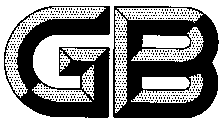
**ICS** 73.060.99



**CCS D** 46

**中华人民共和国国家标准**

**GB/T** 7739.8—202×

代替**GB/T** 7739.8—2007

金精矿化学分析方法  
第8部分：硫量的测定

**Methods for chemical analysis of gold concentrates—  
Part** 8**： Determination of sulfur content**

（征求意见稿）

202×-××-××发布 202×-××-××实施

**国家市场监督管理总局**

发 布

**国家标准化管理委员会**

目 次

[前言 III](#_Toc76719627)

[引言 IV](#_Toc76719628)

[1 范围 1](#_Toc76719629)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc76719630)

[3 术语和定义 1](#_Toc76719631)

[4 方法1 硫酸钡重量法 1](#_Toc76719632)

[4.1 原理 1](#_Toc76719633)

[4.2 试剂或材料 1](#_Toc76719634)

[4.3 仪器设备 2](#_Toc76719635)

[4.4 样品 2](#_Toc76719636)

[4.5 试验步骤 2](#_Toc76719637)

[4.6 试验数据处理 3](#_Toc76719638)

[4.7 精密度 3](#_Toc76719639)

[4.8 试验报告 4](#_Toc76719640)

[5 方法2 燃烧中和滴定法 4](#_Toc76719641)

[5.1 原理 4](#_Toc76719642)

[5.2 试剂或材料 4](#_Toc76719643)

[5.3 仪器设备 5](#_Toc76719644)

[5.4 样品 6](#_Toc76719645)

[5.5 试验步骤 6](#_Toc76719646)

[5.6 试验数据处理 7](#_Toc76719647)

[5.7 精密度 7](#_Toc76719648)

[5.8 试验报告 7](#_Toc76719649)

[6 方法3 有效硫的测定-燃烧中和滴定法 8](#_Toc76719650)

[6.1 原理 8](#_Toc76719651)

[6.2 试剂或材料 8](#_Toc76719652)

[6.3 仪器设备 8](#_Toc76719653)

[6.4 样品 9](#_Toc76719654)

[6.5 试验步骤 9](#_Toc76719655)

[6.6 试验数据处理 9](#_Toc76719656)

[6.7 精密度 10](#_Toc76719657)

[6.8 试验报告 10](#_Toc76719658)

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。

本文件为GB/T 7739的第8部分，GB/T 7739《金精矿化学分析方法》已经发布了以下十四个部分：

——第1部分：金量和银量的测定；

——第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：砷量的测定；

——第4部分：铜量的测定；

——第5部分：铅量的测定；

——第6部分：锌量的测定；

——第7部分：铁量的测定；

——第8部分：硫量的测定；

——第9部分：碳量的测定；

——第10部分：锑量的测定；

——第11部分：砷量和铋量的测定；

——第12部分：砷、汞、镉、铅和铋量的测定 原子荧光光谱法；

——第13部分：铅、锌、铋、镉、铬、砷和汞量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第14部分：铊量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法。

本文件代替GB/T 7739.8—2007《金精矿化学分析方法 第8部分：硫量的测定》，与GB/T 7739.8—2007相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a） 增加了“重复性”和“再现性”要求（见4.6、5.7、6.7）；

b） 删除了“允许差”要求（见2007年版的2.6、3.7）；

c） 修改了方法2的进气方式（见5.5.3，2007年版的3.5.3）；

d） 增加了有效硫的测定（见第6章）。

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。

本文件由全国黄金标准化技术委员会（SAC/TC 379）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 7739.8—2007，

——本次为第一次修订。

引言

原矿经过选别作业处理后，其主要成分已在精矿中富集，同时矿石的次要成分或其他伴生金属也得到回收，GB/T 7739《金精矿化学分析方法》旨在帮助黄金工矿企业准确了解金精矿的主要成分及杂质含量，有利于企业优化选冶工艺控制参数，精准控制药剂消耗、减少杂质元素在金精矿选矿富集和冶炼提纯过程的干扰、提高各有价元素的综合回收率，能够为整个黄金行业的综合资源高效回收利用和可持续绿色健康发展及智慧矿山的建设提供更强有力的技术支撑。GB/T 7739由十四个部分构成。

——第1部分：金量和银量的测定。目的在于规定金精矿中金量和银量测定的火试金重量法、活性炭富集-火焰原子吸收光谱法和活性炭富集-碘量法及各方法适用的测定范围。

——第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于规定金精矿中银量测定的火焰原子吸收光谱法及适用的测定范围。

——第3部分：砷量的测定。目的在于规定金精矿中砷量测定的二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法和重铬酸钾滴定法及各方法适用的测定范围。

——第4部分：铜量的测定。目的在于规定金精矿中铜量测定的火焰原子吸收光谱法和硫代硫酸钠碘量法及各方法适用的测定范围。

——第5部分：铅量的测定。目的在于规定金精矿中铅量测定的原子吸收光谱法和乙二胺四乙酸二钠滴定法及各方法适用的测定范围。

——第6部分：锌量的测定。目的在于规定金精矿中锌量测定的原子吸收光谱法和乙二胺四乙酸二钠滴定法及各方法适用的测定范围。

——第7部分：铁量的测定。目的在于规定金精矿中铁量测定的重铬酸钾滴定法及适用的测定范围。

——第8部分：硫量的测定。目的在于规定金精矿中硫量测定的硫酸钡重量法和燃烧-酸碱滴定法及各方法适用的测定范围。

——第9部分：碳量的测定。目的在于规定金精矿中碳量测定的乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定法及适用的测定范围。

——第10部分：锑量的测定。目的在于规定金精矿中锑量测定的硫酸铈滴定法和氢化物发生-原子荧光光谱法及各方法适用的测定范围。

——第11部分：砷量和铋量的测定。目的在于规定金精矿中砷量和铋量测定的氢化物发生-原子荧光光谱法及适用的测定范围。

——第12部分：砷、汞、镉、铅和铋量的测定 原子荧光光谱法。目的在于规定金精矿中砷、汞、镉、铅和铋量测定的氢化物发生-原子荧光光谱法及适用的测定范围。

——第13部分：铅、锌、铋、镉、铬、砷和汞量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于规定金精矿中铅、锌、铋、镉、铬、砷和汞量测定的电感耦合等离子体原子发射光谱法及适用的测定范围。

——第14部分：铊量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法。目的在于规定金精矿中铊量测定的电感耦合等离子体原子发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法及各方法适用的测定范围。

金精矿化学分析方法 第8部分：硫量的测定

1 范围

本文件规定了金精矿中硫量及有效硫量的测定方法。

本文件适用于金精矿中硫量及有效硫量的测定。各方法测定范围同为5.00%～50.00%。

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 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

3.1

实验室样品 **laboratory sample**

为送交实验室供检验或测试而制备的样品。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.1]

3.2

试样 **test sample**

由实验室样品进一步制得的，可进行称量的样品。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.2]

3.3

试料 **test portion**

用以进行检验或观测所称取的一定量的试样。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.3]

4 方法1 硫酸钡重量法

4.1 原理

试料在780 ℃经碳酸钠、氧化锌和高锰酸钾混合熔剂半熔后，用水溶解可溶物，并用氯化钡沉淀溶液中的硫酸根，沉淀经过滤、灼烧后称重，按硫酸钡的质量计算试样中硫的含量。在被测试料中，小于10 mg的氟不干扰测定。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，在试验中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.2.1 混合熔剂：将无水碳酸钠、氧化锌、高锰酸钾按质量比为1∶1∶0.1相混合，研细，混匀。

4.2.2 盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

4.2.3 过氧化氢（3+7）。

4.2.4 无水碳酸钠溶液（20 g/L）。

4.2.5 氯化钡溶液（100 g/L）：过滤后使用。

4.2.6 硝酸银溶液（10 g/L）：每100 mL硝酸银溶液中加入3滴～4滴硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。

4.2.7 甲基橙指示剂（1 g/L）。

4.3 仪器设备

4.3.1 高温炉，最高温度850 ℃以上，常用温度700 ℃~800 ℃。

4.3.2 干燥器。

4.3.3 电热板，最高温度350 ℃以上。

4.3.4 瓷坩埚，30 mL。

4.3.5 玻璃烧杯，400 mL。

4.4 样品

4.4.1 试样

4.4.1.1 试样粒度不大于0.074 mm。

4.4.1.2 试样应在100 ℃～105 ℃烘干1 h后，置于干燥器中冷却至室温。

4.4.2 试料

按表1称取试样，精确至0.000 1 g。

表1 试料质量

|  |  |
| --- | --- |
| 硫质量分数  % | 试料量  g |
| 5.00～10.00 | 0.50 |
| ＞10.00～20.00 | 0.30 |
| ＞20.00～50.00 | 0.15 |

4.5 试验步骤

4.5.1 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.2 测定次数

独立进行两次测定，结果取其平均值。

4.5.3 测定

4.5.3.1 在30 mL瓷坩埚中平铺1 g～2 g混合熔剂（4.2.1），将试料放入坩埚中，然后加入9 g～10 g混合熔剂（4.2.1），搅拌均匀，上面再覆盖一层1 g～2 g混合熔剂（4.2.1）。

4.5.3.2 将坩埚放入高温炉中，稍开炉门，从室温逐渐升温至780 ℃，保温20 min~30 min，取出冷却。

4.5.3.3 擦净坩埚底部，将坩埚连同半熔物移入400 mL烧杯中，加入100 mL热水，以热水洗净坩埚，加入2 mL过氧化氢（4.2.3），小心煮沸2 min~3 min。以倾泻法用慢速定量滤纸过滤于500 mL烧杯中，以无水碳酸钠溶液（4.2.4）洗涤烧杯4次，洗涤沉淀8次～10次。向滤液中加入1滴～2滴甲基橙指示剂（4.2.7），用盐酸（4.2.2）中和至溶液刚变红，再过量3 mL。将滤液用水稀释至体积为300 mL，煮沸，趁热在不断搅拌下缓慢加入20 mL氯化钡溶液（4.2.5），煮沸，于室温下静置3 h。

4.5.3.4 用慢速定量滤纸过滤，用热水洗涤沉淀至无氯离子，直到用硝酸银溶液（4.2.6）检验至无白色沉淀。

4.5.3.5 将沉淀连同滤纸放入30 mL已恒重并称重过的瓷坩埚中，置于电热板上，烘干碳化，于780 ℃±10 ℃的高温炉中灰化完全并灼烧至恒重，取出瓷坩埚稍冷却后置于干燥器中，冷至室温后称重。

4.6 试验数据处理

按式（1）计算硫的质量分数*ω*S：

………………………（1）

式中：

*ω*S ——硫的质量分数，用百分数（%）表示；

*m*1 ——试料沉淀与瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

*m*2 ——瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

*m*3 ——空白沉淀与瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

*m*4 ——空白瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

*m*0 ——试料的质量，单位为克（g）；

0.137 4——硫酸钡换算为硫的换算因数。

分析结果表示至小数点后两位。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复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超过重复性限（*r*），超出重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法求得。硫的含量低于最低水平，重复性限按外延法求得。硫的含量高于最高水平，重复性限按最高水平执行。

表2 重复性限（方法1）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*S/% | 5.14 | 12.11 | 21.89 | 30.25 | 48.72 |
| *r*/% | 0.12 | 0.17 | 0.25 | 0.34 | 0.47 |

4.7.2 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超过再现性限（*R*），超出再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法求得。硫的含量低于最低水平，再现性限按外延法求得。硫的含量高于最高水平，再现性限按最高水平执行。

表3 再现性限（方法1）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*S/% | 5.14 | 12.11 | 21.89 | 30.25 | 48.72 |
| *R*/% | 0.15 | 0.25 | 0.38 | 0.47 | 0.59 |

4.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样，

——使用的文件GB/T 7739.8—202×，

——使用的方法，

——试验结果及其表示，

——与基本试验步骤的差异，

——试验中观察到的异常现象，

——试验日期。

5 方法2 燃烧中和滴定法

5.1 原理

试料在1 250 ℃～1 300 ℃高温空气流中燃烧，使硫转化成二氧化硫，用过氧化氢吸收液吸收并氧化成硫酸。以甲基红-亚甲基蓝为混合指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为亮绿色即为终点。在被测试料中，小于2 mg的氟不干扰测定。

5.2 试剂或材料

除非另有说明，在试验中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.2.1 变色硅胶。

5.2.2 氧化铜，粉状。

5.2.3 硫酸（*ρ*=1.84 g/mL）。

5.2.4 高锰酸钾-氢氧化钠溶液：称取3.0 g高锰酸钾溶于100 mL水中，加入10 g氢氧化钠溶解后装入洗气瓶中。

5.2.5 过氧化氢吸收液：移取100 mL过氧化氢（30%），30 mL混合指示剂（5.2.8），加水稀释至2 L。限7天内使用。

5.2.6 硫酸铅基准试剂依以下步骤制备：

a） 称取20 g铅粉（*ω*Pb≥99.99％）于500 mL的烧杯中，加入30 mL优级纯硝酸（1+3）溶解，反应完全；

b） 过滤除去悬浮物，于滤液中加入20 mL优级纯硫酸（1+1），沉降2 h；

c） 用中速定量滤纸过滤，用蒸馏水洗至中性，在烘箱内烘干；

d） 放到瓷坩埚中，于高温炉780 ℃灼烧1 h，取出稍冷放入干燥器中；

e） 待室温后取出放入研钵中研磨；

f） 再放入高温炉780 ℃灼烧1 h；

g） 取出，放入干燥器中作为基准物。

5.2.7 氢氧化钠标准滴定溶液：[*c*（NaOH）≈0.10 mol/L]。

a） 配制：将氢氧化钠配制成饱和溶液，并在塑料瓶内放置至溶液澄清。吸取50 mL上清液，用不含二氧化碳的水稀释至10 L，混匀。

b） 标定：准确称取0.300 0 g硫酸铅基准试剂（5.2.6）于瓷舟中，覆盖0.5 g氧化铜（5.2.2）按5.5.3.4、5.5.3.5进行标定，记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

按式（2）计算氢氧化钠标准滴定溶液的物质的量浓度：

……………………………………………（2）

式中：

*c* ——氢氧化钠标准溶液的物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*m*——硫酸铅的质量，单位为克（g）；

*V*1 ——标定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0 ——滴定空白溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*M* ——硫酸铅的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol），（*M*=303.26）。

两人平行标定，每人标定四份，最终结果保留四位有效数字，其极差值不大于6×10-4 mol/L时，取其平均值，否则重新标定。

5.2.8 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂：称取0.12 g甲基红和0.08 g亚甲基蓝溶于100 mL无水乙醇中。

5.3 仪器设备

5.3.1 高温管式电炉：最高温度1 350 ℃，常用温度1 250 ℃～1 300 ℃。

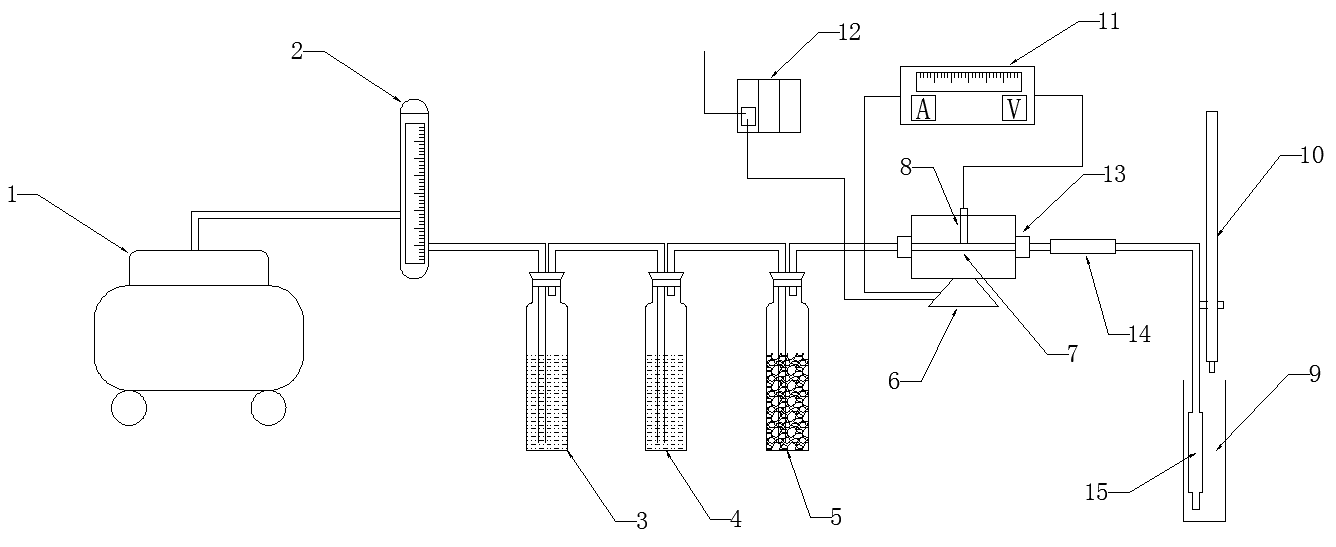
5.3.2 温度自动控制器（0 ℃～1 600 ℃）。

5.3.3 转子流量计（0 L/min～2 L/min）。

5.3.4 锥形燃烧管：内径18 mm，外径22 mm，总长600 mm。

5.3.5 瓷舟：长88 mm，使用前应在1 200 ℃预先灼烧1 h。

5.3.6 硫的测定装置（见图1）。



标引序号说明：

1 ——空气流提供装置；

2 ——转子流量计；

3 ——洗气瓶[内装高锰酸钾-氢氧化钠溶液（5.2.4），液面高约1/3瓶高]；

4 ——洗气瓶[内装浓硫酸（5.2.3），液面高约1/3瓶高]；

5 ——干燥塔[内装变色硅胶（5.2.1）]；

6 ——高温管式电炉；

7 ——锥形瓷管；

8 ——瓷舟；

9 ——150 mL气体吸收瓶；

10——滴定管；

11——温度控制器；

12——电源；

13——橡胶塞；

14——乳胶管；

15——多孔气体扩散管。

图1 燃烧-酸碱滴定法定硫装置图

5.4 样品

5.4.1 试样

5.4.1.1 试样粒度不大于0.074 mm。

5.4.1.2 试样应在100 ℃～105 ℃烘1 h后，置于干燥器中，冷却至室温。

5.4.2 试料

根据试样中硫的含量，按表4称取试料，精确至0.000 1 g。

表4 试料质量

|  |  |
| --- | --- |
| 硫质量分数  % | 试料量  g |
| 5.00～20.00 | 0.20 |
| ＞20.00～50.00 | 0.10 |

5.5 试验步骤

5.5.1 空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.2 测定次数

独立进行两次测定，结果取其平均值。

5.5.3 测定

5.5.3.1 将5.4.2所得试料均匀地置于瓷舟中，覆盖0.2 g氧化铜（5.2.2）。

5.5.3.2 接通高温管式电炉电源，分2次～3次逐渐加大电压，使炉温升至1 250 ℃~1 300 ℃。

5.5.3.3 在150 mL的吸收瓶中加入100 mL过氧化氢吸收液（5.2.5），使吸收液的液面距离气体扩散管下端50 mm。

5.5.3.4 按图1连接好全部装置，在通气的条件下检查装置的气密性。调节空气流量为0.7 L/min～0.8 L/min，滴加氢氧化钠标准滴定溶液（5.2.7）至吸收液为亮绿色，不记读数。

5.5.3.5 用镍铬丝将盛有试料的瓷舟迅速推入燃烧管温度最高处，立即塞紧橡胶塞通入空气，调整空气流量在0.7 L/min～0.8 L/min之间，吸收1 min后，调整空气的流量在1.0 L/min～1.2 L/min之间开始滴定，反复挤捏胶管将装置中残余的二氧化硫赶出，以氢氧化钠标准滴定溶液（5.2.7）滴定至由紫红色转变成亮绿色为终点。

在燃烧过程中，随时以氢氧化钠标准滴定溶液（5.2.7）滴定生成的酸，直至燃烧完全。

不论新旧燃烧管，开始测定前，均应在1 200 ℃～1 250 ℃充分燃烧，并预烧1个～2个实验样品后，方可进行正式试样的测定。

5.6 试验数据处理

按式（3）计算硫的质量分数*ω*S：

…………………………………（3）

式中：

*ω*S ——硫的质量分数，用百分数（%）表示；

*c* ——氢氧化钠标准滴定溶液实际的物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*3 ——试料溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*2 ——空白溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*M* ——硫的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol），（*M*=32.06）；

*m*5——试料的质量，单位为克（g）。

分析结果表示至小数点后两位。

5.7 精密度

5.7.1 重复性

在重复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超过重复性限（*r*），超出重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表5数据采用线性内插法求得。硫的含量低于最低水平，重复性限按外延法求得；硫的含量高于最高水平，重复性限按最高水平执行。

表5 重复性限（方法2）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*S/% | 5.14 | 12.11 | 21.89 | 30.25 | 48.72 |
| *r*/% | 0.15 | 0.19 | 0.32 | 0.39 | 0.42 |

5.7.2 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超过再现性限（*R*），超出再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表6数据采用线性内插法求得。硫的含量低于最低水平，再现性限按外延法求得；硫的含量高于最高水平，再现性限按最高水平执行。

表6 再现性限（方法2）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*S/% | 5.14 | 12.11 | 21.89 | 30.25 | 48.72 |
| *R*/% | 0.21 | 0.28 | 0.38 | 0.45 | 0.59 |

5.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样，

——使用的文件GB/T 7739.8—202×，

——使用的方法，

——试验结果及其表示，

——与基本试验步骤的差异，

——试验中观察到的异常现象，

——试验日期。

6 方法3 有效硫的测定-燃烧中和滴定法

6.1 原理

试料在850 ℃高温空气流中燃烧，单体硫与硫化物中的硫转化成二氧化硫气体，用过氧化氢溶液吸收并氧化成硫酸。以甲基红-亚甲基蓝为混合指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为亮绿色即为终点。

6.2 试剂或材料

除非另有说明，在试验中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

6.2.1 变色硅胶。

6.2.2 硫酸（*ρ*=1.84 g/mL）。

6.2.3 高锰酸钾-氢氧化钠溶液：称取3.0 g高锰酸钾溶于100 mL水中，加入10 g氢氧化钠溶解后装入洗气瓶中。

6.2.4 过氧化氢吸收液：移取100 mL过氧化氢（30%），30 mL混合指示剂（6.2.7），加水稀释至2 L。限7天内使用。

6.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液：[*c*（NaOH）≈0.10 mol/L]。

a） 配制：将氢氧化钠配制成饱和溶液，并在塑料瓶内放置至溶液澄清。吸取50 mL上清液，用不含二氧化碳的水稀释至10 L，混匀。

b） 标定：称取0.700 0 g（精确至0.000 1 g）预先在100 ℃～105 ℃烘干2 h的邻苯二甲酸氢钾基准试剂于400 mL锥形瓶中，加60 mL不含二氧化碳的热水溶解，加入2滴酚酞乙醇溶液（6.2.6），用氢氧化钠标准滴定溶液（6.2.5）滴定至微红色即为终点。

按式（4）计算氢氧化钠标准滴定溶液的物质的量浓度：

……………………………………………（4）

式中：

*c* ——氢氧化钠标准溶液的物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*m*6 ——邻苯二甲酸氢钾的质量，单位为克（g）；

*V*5 ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*4 ——滴定空白溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*M* ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol），（*M*=204.22）。

两人平行标定，每人标定四份，最终结果保留四位有效数字，其极差值不大于6×10-4 mol/L时，取其平均值，否则重新标定。

6.2.6 酚酞乙醇溶液：5 g/L。

6.2.7 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂：称取0.12 g甲基红和0.08 g亚甲基蓝溶于100 mL无水乙醇中。

6.3 仪器设备

所需仪器设备及测定装置同5.3（方法2）。

6.4 样品

6.4.1 试样

6.4.1.1 试样粒度不大于0.074 mm。

6.4.1.2 试样应在100 ℃～105 ℃烘1 h后，置于干燥器中，冷却至室温。

6.4.2 试料

称取0.1 g试样，精确至0.000 1 g。

6.5 试验步骤

6.5.1 空白试验

随同试料做空白试验。

6.5.2 测定次数

独立进行两次测定，结果取其平均值。

6.5.3 测定

6.5.3.1 将6.4.2所得试料均匀地置于瓷舟中。

6.5.3.2 在150 mL的吸收瓶中加入100 mL过氧化氢吸收液（6.2.4），使吸收液的液面距离气体扩散管下端50 mm。

6.5.3.3 按图1连接好全部装置，在通气的条件下检查装置的气密性。调节空气流量为0.7 L/min～0.8 L/min，滴加氢氧化钠标准滴定溶液（6.2.5）至吸收液为亮绿色，不记读数。

6.5.3.4 将高温管式电炉调制400 ℃，将盛有试料的瓷舟用镍铬丝送入燃烧管中部最高温处，立即塞紧胶塞，调整空气流量在0.7 L/min～0.8 L/min之间，在450 ℃燃烧5 min～10 min，以氢氧化钠标准滴定溶液（6.2.5）滴定至由紫红色转变成亮绿色，然后逐渐升温至850 ℃，在此温度下保持5 min，反复挤捏胶管将装置中残余的二氧化硫赶出，继续滴定至亮绿色为终点。

6.5.3.5 日常生产控制分析可以采用以下方式进行：接通高温管式电炉电源，分2次逐渐加大电压，使炉温升至850 ℃。用镍铬丝将盛有试料的瓷舟迅速推入燃烧管温度最高处，立即塞紧橡胶塞通入空气，调整空气流量在0.7 L/min～0.8 L/min之间，吸收1 min后，调整空气的流量在1.0 L/min～1.2 L/min之间，反复挤捏胶管将装置中残余的二氧化硫赶出，以氢氧化钠标准滴定溶液（6.2.5）滴定至由紫红色转变成亮绿色，并保持2 min不褪色为终点。

在燃烧过程中，应随时以氢氧化钠标准滴定溶液（6.2.5）滴定生成的酸，直至燃烧完全。

不论新旧燃烧管，开始测定前，均应在1 200 ℃～1 250 ℃充分燃烧，并预烧1个～2个实验样品后，方可进行正式试样的测定。

6.6 试验数据处理

按式（5）计算有效硫的质量分数*ω*S：

…………………………………（5）

式中：

*ω*S ——有效硫的质量分数，用百分数（%）表示；

*c* ——氢氧化钠标准滴定溶液实际的物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*7 ——试料溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*6 ——空白溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*M* ——硫的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol），（*M*=32.06）；

*m*7——试料的质量，单位为克（g）。

分析结果表示至小数点后两位。

6.7 精密度

6.7.1 重复性

在重复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超过重复性限（*r*），超出重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表7数据采用线性内插法求得。有效硫的含量低于最低水平，重复性限按外延法求得；有效硫的含量高于最高水平，重复性限按最高水平执行。

表7 重复性限（方法3）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*S/% | 3.94 | 11.28 | 28.21 | 37.91 | 45.84 |
| *r*/% | 0.09 | 0.16 | 0.33 | 0.40 | 0.48 |

6.7.2 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超过再现性限（*R*），超出再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表8数据采用线性内插法求得。有效硫的含量低于最低水平，再现性限按外延法求得；有效硫的含量高于最高水平，再现性限按最高水平执行。

表8 再现性限（方法3）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*S/% | 3.94 | 11.28 | 28.21 | 37.91 | 45.84 |
| *R*/% | 0.18 | 0.27 | 0.43 | 0.52 | 0.60 |

6.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样，

——使用的文件GB/T 7739.8—202×，

——使用的方法，

——试验结果及其表示，

——与基本试验步骤的差异，

——试验中观察到的异常现象，

——试验日期。