

制定《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》

国家标准编制说明（征求意见稿）

《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》国家标准起草小组

2025 年 6 月

# 《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》国家标准编制说明 (征求意见稿)

## 一、工作简况

### (一) 任务来源

根据国家标准化管理委员会《关于下达 2024 年第十批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》国标委发【2024】60 号，于 2024 年~2026 年 6 月完成《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》国家标准的制定工作，计划编号：20243715-T-606。本标准由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC 63）负责归口。

主要起草单位：中海油天津化工研究设计院有限公司、 、 、 。

### (二) 制定背景

硫是自然界分布广泛的元素，地壳丰度约为 0.05%。硫是冶金行业重要控制指标，故对其上游无机化工原材料中的总硫含量有着严格要求。电化学储能材料等无机化工材料中的硫也是关键性指标。硫以硫酸盐、硫化物、游离硫和有机硫的形态存在。准确并快速测定总硫含量是生产企业实现控制总硫含量工艺的基础，对产品的质量控制具有指导意义。

总硫含量的测定按检测方法可分为重量法、气体容量法、滴定法、电导法、库伦法、红外吸收法、光谱法、质谱法、色谱法等。其中重量法是经典的、准确的方法，但有些样品需使用王水、高氯酸钾或溴等强氧化剂将各价态硫氧化为硫酸盐，或用碱熔法将样品高温熔融后，再采用硫酸钡重量法进行测定，其氧化过程及沉淀生成过程操作步骤繁琐、耗时长、所使用化学试剂对人身和环境存在安全隐患。红外吸收法是目前应用较为广泛的测定总硫方法。红外吸收法按高温炉种类分为高频感应炉燃烧红外吸收法、管式炉燃烧法红外吸收法、电弧炉燃烧法红外吸收法。以高频感应炉燃烧红外吸收法应用最为广泛和高效，较管式炉法相比能耗低、燃烧温度高、样品适应性强。具有分析速度快、操作简便、自动化程度高、检测范围宽、选择性高、灵敏度低、检测限低、测定结果准确稳定的特点，可为无机化工生产企业的日常检验提供强有力的技术支持。

高频感应炉燃烧红外吸收法测定总硫含量在冶金行业应用普遍，在无机化工行业中的应用正在逐渐增多，特别是对无机化工新材料，其测定速度快、操作简便、测定结果准确，

可满足生产过程控制及产业链下游的需求，在无机化工行业具有良好的推广前景。制定国家标准《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》对无机化工产品中总硫含量的测定具有指导意义，便于产品标准的引用，可促进产业链上下游标准的有效衔接，促进技术交流合作。

### (三) 主要工作过程

#### 1 起草阶段

##### 1.1 起草工作组组建

全国化学标准化技术委员会无机化工分会接到制定《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》国家标准的任务后，首先向生产厂家和用户发函进行调查，征集对制定标准的

建议和起草单位，在此基础上组建项目起草小组。起草工作组成员：中海油天津化工研究设计院有限公司、、、、、等。

## 1.2 分工情况

天津院主要负责标准制定工作总体协调，负责国内外相关标准、技术资料的查阅、收集、对比及研究。组织召开标准制定各阶段的工作会议、提出实验方案、对试验数据进行统计与比对、负责修订标准各阶段相关文件起草编写工作（包括标准草案、编制说明及相关附件等），、、、、公司承担标准修订过程中提供质量数据、对实验方案进行讨论、开展试验验证工作、试验数据的累积、参加工作会议以及对标准各阶段稿件提出修改意见等。

## 1.3 制定标准调研阶段

按照“国家标准化管理委员会《关于下达 2024 年第十批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》的要求，于 2024 年~2026 年完成《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》国家标准的制定工作，计划编号：20243715-T-606。项目起草单位中海油天津化工研究设计院有限公司接到制定标准任务后，首先查阅了国内外标准及有关技术资料。并向生产、使用单位发了调研表，通过调研表向生产企业和用户了解该产品生产情况、目前标准的执行情况及对新标准的建议。对收集到的国内外标准及修标的意见建议进行汇总、分析，在此基础上提出了文献小结。

2025 年 3 月，于天津市召开了工作方案会，会上工作小组进行了认真仔细的讨论，初步确定了指标项目和试验方法，并制定了工作方案和工作进度。

## 1.4 验证过程

依照起草小组制定的工作进度，2025 年 4 月完成了工作组讨论稿，并于 6 月开展了试验方法的试验验证。

## 2 上网征求意见阶段

2025 年 6 月由负责起草单位提出了标准征求意见稿（草案）、编制说明及其附件，发给委员和国内生产厂征求意见，并在中海油天津化工研究设计院有限公司网站（[www.trici.com.cn](http://www.trici.com.cn)）公开征求意见。

## 二、标准编制原则和主要内容及其确定依据

### （一）国家标准编制原则

- ① 贯彻国家的有关方针、政策、法律、法规；
- ② 积极采用国际标准和国外先进标准，促进对外经济技术合作与对外贸易的发展；
- ③ 有利于促进技术进步，提高产品质量的原则；
- ④ 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
- ⑤ 符合用户要求，保护消费者利益、促进对外贸易的原则；
- ⑥ 遵循科学性、先进性、统一性的原则。

### （二）标准体系

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在无机化工标准体系表中位置：

体系类目名称：基础通用标准-无机化学分析基础通用

体系类目编号：01-063-01-03-02

体系编号：01-063-01-03-02-026

### （三）确定国家标准主要内容

#### 1 国内外标准状况

查阅到的国内相关标准有：

GB/T 3286.7—2014 石灰石及白云石化学分析方法 第7部分：硫含量的测定 管式炉燃烧-碘酸钾滴定法、高频燃烧红外吸收法和硫酸钡重量法

GB/T 3653.7—2020 硼铁 硫含量的测定 红外线吸收法

GBT 6730.61—2022 铁矿石 碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法

GB/T 20123—2006 钢铁总碳硫含量的测定 高频感应炉燃烧后红外吸收法（常规方法）

GB/T 34175—2017 耐火材料中硫含量的测定

SN/T 3598—2013 硫铁矿中硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法

YB/T 4726.6—2021 含铁尘泥 硫含量的测定 红外线吸收法

JJG 395-2016 定碳定硫分析仪

#### 2 方法概述

高频感应炉燃烧红外吸收法是将一定质量的样品加助熔剂后在高频炉中高温加热燃烧使样品中的硫与氧气反应生成二氧化硫气体，在载气的带动下经过气路处理系统进入二氧化硫的检测室，利用二氧化硫在 7400nm 处，具有很强的特征吸收这一特性，通过测量气体吸收光强分析二氧化硫的含量，从而得到样品中碳、硫成分的百分含量。

此方法广泛应用于钢铁、冶金、机械制造、铸造有色金属等行业钢、铁中硫含量的测定，也用于金属、矿石、陶瓷中硫含量的测定，目前此方法在无机化工领域的应用也越来越广泛。

#### 3 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。

#### 4 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。

#### 5 试剂或材料

##### 5.1 标准物质

是指与待测样品硫含量相近的同一标准物质。或与被测物性质相近且含量相近的其他的标准物质。

##### 5.2 吸收剂

氧气作为载气需要净化，氧气中含有微量杂质，在氧气通道的加热催化炉使其转化为 CO<sub>2</sub> 和 H<sub>2</sub>O 用高氯酸镁吸收水、碱石棉吸收二氧化碳。如发现吸收剂变色应立即更换。

##### 5.3 助熔剂

无机化工产品测定总硫时，添加助熔剂可以提高氧化燃烧温度，起点火、助燃的作用，增强液体流动性。要求助熔剂是导电导磁材料，在燃烧过程中最好是放热反应，与样品熔融时形成互熔流体，挥发物不吸附  $\text{SO}_2$ 。助熔剂含硫量应极低（小于被测物硫含量的 10%），一般为细粒状。助熔剂与样品氧化熔融时应对坩埚无腐蚀作用。常用的助熔剂有钨粒、铁屑、锡粒等。

钨粒主要起点火助燃的作用，其特点是热容量大、黏性大、燃烧快、降温快。硫含量  $\leq 0.0005\%$ ，粒度  $0.4\text{ mm} \sim 0.8\text{ mm}$ 。

铁屑主要增加测定时感应量，起保热作，与钨混合用于难熔样品。纯度  $\geq 99.8\%$ ，硫含量  $\leq 0.0005\%$ ，粒度  $\leq 1.25\text{ mm}$ 。

锡粒主要起搅拌作用，使熔剂流动性增大，黏度下降。硫含量  $\leq 0.0005\%$ 。

每种助熔剂各有优势，将它们混合使用能获得更佳效果。可根据仪器和试样确定样品中所用助熔剂的种类和量。

#### 5.4 氧气

纯度  $\geq 99.5\%$ 。

#### 6 仪器

高频感应炉红外碳硫分析仪，分辨率为  $0.1 \times 10^{-6}$ 。配备如下：

高频感应炉：高频振荡器、燃烧室、炉子升降装置。

测量系统：电子天平，感量为  $0.0001\text{ g}$ ，红外检测系统一般由红外光源、滤光片、检测器、前置放大器等组成。

气路系统：载气（净化、气流控制、灰尘过滤）、动力气（炉子升降）、气路系统（气源、压力调节、净化、气流控制、灰尘过滤）。

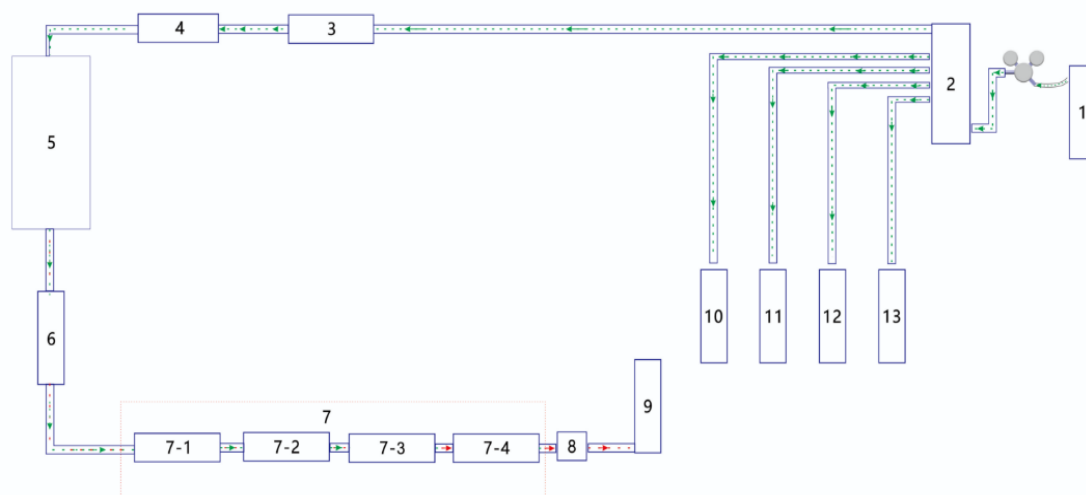


图 1 高频感应炉红外碳硫分析仪装置图

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。

#### 7 试验步骤

##### 7.1 样品制备

工业碳酸锶中总硫含量%													
样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	均值	标准 偏差	RSD
样品 1	0.193	0.195	0.201	0.201	0.197	0.200	0.202	0.209	0.204	0.206	0.202	0.0037	1.8%
样品 2	0.170	0.171	0.177	0.173	0.168	0.174	0.171	0.176	0.176	0.170	0.173	0.0032	1.9%
称样量：0.2g 助熔剂：0.6 g 纯铁、1.5 g 钨粒 标准物质：经重量法测定的碳酸锶													

磷酸铁中总硫含量 mg/kg											
	1	2	3	4	5	6	7	8	均值	标准偏差	RSD
样品 1	10.86	11.92	10.57	10.32	11.19	9.44	10.95	9.63	10.61	0.8147	7.68%
称样量：0.2g 助熔剂：钨、锡、铁三元素助熔剂 标准物质：低合金钢（国家一级标准物质 GBW 01308）											

工业氧化钙中总硫含量%											
	1	2	3	4	5	6	7	8	均值	标准偏差	RSD
样品 1	0.036	0.036	0.034	0.033	0.036	0.033	0.034	0.035	0.0346	0.0013	3.8%
样品 2	0.035	0.035	0.034	0.036	0.036	0.034	0.035	0.036	0.0351	0.0008	2.4%
称样量：0.1g 依次加助熔剂：铁、钨粒 标准物质：碳素钢（国家标准物质 GBW 01204b）											

工业三氧化二铬中总硫含量%												
	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值	极差	标准偏差	RSD
1	0.022	0.024	0.024	0.023	0.025	0.023	0.024	0.024	0.024	0.003	0.0009	3.9%
2	0.0030	0.0026	0.0027	0.0028	0.0026	0.0027	0.0028	0.0026	0.0027	0.0004	0.0027	5.1%
0.3 g 助熔剂纯铁铺平，称取 0.3 g 干燥过的试样、1.5 g 助熔剂钨粒、0.2 g 助熔剂锡粒 标准物：金属铬												

工业铬酸酐中总硫含量%												
	1	2	3	4	5	6	7	8	均值	极差	标准偏差	RSD
1	0.043	0.046	0.044	0.042	0.043	0.043	0.042	0.044	0.043	0.004	0.0013	3.0%
0.30 g 助熔剂纯铁，称取约 0.025 g 研细并干燥过的试样，一次均匀覆盖 1.3 g 助熔剂钨粒 标准物质：以重量法测的铬酸酐 配备除卤装置												

三氧化二铬中总硫含量 连续十批次样品累计数据											
项目	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
硫含量%	0.0024	0.0029	0.0030	0.0025	0.0023	0.0024	0.0021	0.0021	0.0029	0.0025	

（二）技术经济论证及预期的经济效果

四、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本标准制定，结合我国高频感应炉红外吸收仪在无机化工行业中的实际应用情况及此制标过程中验证数据情况进行制定。

五、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

与现行法律、法规、规章及相关标准协调一致，无冲突。

#### **六、重大分歧意见的处理经过和依据**

无重大分歧意见。

#### **七、国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议**

本标准为推荐性国家标准。

#### **八、贯彻国家标准的要求和措施建议**

本标准反映了目前国内实际生产技术水平，可积极向国内生产单位、用户、质检机构等相关单位推荐使用本标准。建议尽快发布实施本标准。

#### **九、废止现行有关标准的建议**

无。

#### **十、公平竞争审查说明**

标准制定过程没有限制或者变相限制市场准入和退出、没有限制或者变相限制商品要素自由流动，没有影响经营者生产经营成本、没有影响经营者生产经营行为。本标准经审查，不存在违反《公平竞争审查条例》规定的内容。

#### **十一、其他应予说明的事项**

无。