

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T XXXX.2—202X

铀矿石化学分析方法  
第2部分：碳、硫含量的测定  
高频燃烧红外吸收法

Methods for chemical analysis of uranium ores—Part 2: Determination of carbon and sulfur contents by high frequency combustion-infrared absorption

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国自然资源部

发布



## 目 次

前 言.....	II
引 言.....	III
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 原理.....	1
4 试验条件.....	1
5 试剂.....	1
6 仪器设备.....	2
7 样品.....	2
8 试验步骤.....	2
9 试验数据处理.....	3
10 准确度.....	3
11 质量保证和控制.....	4
附 录 A （资料性）仪器参考工作条件.....	5
附 录 B （资料性）实验室间精密度协作试验数据统计结果.....	6
参 考 文 献.....	8

## 前言

DZ/T ××××—202×《铀矿石化学分析方法》分为2个部分：

——第1部分：铀、钍含量测定 敞口酸溶—电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第2部分：碳、硫含量测定 高频燃烧红外吸收法。

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》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》给出的规则起草。

本文件为 DZ/T ××××—202× 的第2部分。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC 93）归口。

本文件起草单位：中国地质调查局天津地质调查中心。

本文件主要起草人：张莉娟、方蓬达、王力强、王家松、徐铁民、王娜、魏双、郑智慷、张楠、吴良英、曾江萍、朱悦。

## 引言

DZ/T ××××—202×《铀矿石化学分析方法》旨在确立普遍适用于铀矿石的标准化学分析方法，拟由两个部分组成。

——第1部分：铀、钍含量测定 敞口酸溶—电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立电感耦合等离子体原子发射光谱法对铀矿石中铀、钍的含量的测定。

——第2部分：碳、硫含量测定 高频燃烧红外吸收法。目的在于确立高频燃烧红外吸收法对铀矿石中碳、硫的含量的测定。



# 铀矿石化学分析方法

## 第2部分：碳、硫含量测定 高频燃烧红外吸收法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。铀矿石标准物质及样品检测前应经  $x$ 、 $\gamma$  射线辐射剂量率检测，使用后置于铅箱中保存。接触铀矿石样品，要戴手套，避免进入体内。

### 1 范围

本文件规定了高频燃烧红外吸收法测定铀矿石中总碳、总硫的含量。本文件适用于铀矿石中碳、硫含量的高频燃烧红外吸收法的测定。

本文件碳的方法检出限为 0.0014 %，测定范围为 0.010 % ~15.00 %；硫的方法检出限为 0.0013 %，测定范围为 0.010 % ~5.00 %。

### 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 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

DZ/T 0130.2 地质矿产实验室测试质量管理规范 第2部分：岩石矿物分析试样制备

DZ/T 0130.3 地质矿产实验室测试质量管理规范 第3部分：岩石矿物样品化学成分分析

JJG 395 定碳定硫分析仪检定规程

### 3 原理

样品在助熔剂作用下，经高频磁场感应加热，其中的碳、硫元素和氧反应生成二氧化碳、二氧化硫，所生成的氧化物气体随载气通过气路系统进入红外检测室。二氧化碳和二氧化硫分别吸收某特定波长的红外辐射，其吸收的能量与碳和硫的浓度在一定范围内成函数关系，根据检测器接受能量的变化计算样品中碳和硫的含量。

### 4 试验条件

高频红外碳硫分析仪检测时的温度、湿度、电压和频率等试验条件符合JJG395规定的环境条件及其相关要求。

### 5 试剂

除非另有说明，在分析中使用的试剂为优级纯试剂。

5.1 纯铁助熔剂：铁粉 [ $w(\text{Fe}) \geq 99.9\%$ ， $w(\text{C}) < 0.002\%$ ， $w(\text{S}) < 0.0005\%$ ]。

5.2 纯钨助熔剂：钨粒 [ $w(W) \geq 99.9\%$  ,  $w(C) < 0.002\%$  ,  $w(S) < 0.0005\%$  ]。

5.3 氧气 [ $\varphi(O_2) \geq 99.996\%$  ]。

## 6 仪器设备

6.1 高频红外碳硫分析仪。

6.2 氧气瓶和调压器。

6.3 分析天平，感量 0.1 mg。

6.4 瓷坩埚，仪器配套耗材。使用前应在 980℃~1000℃ 的马弗炉里灼烧 2 h~4 h，冷却后保存在干燥器中。

## 7 样品

### 7.1 样品加工

按照 GB/T 14505 和 DZ/T 0130.2 的要求进行，样品加工粒度为 0.097-0.074。

### 7.2 样品保存

样品装入纸袋，在 60℃~65℃ 的鼓风干燥烘箱内干燥 10h~12h，然后置于干燥器中，冷却至室温。

### 7.3 样品量

称取样品 0.1g，精确至 0.1 mg。

## 8 试验步骤

### 8.1 样品分解

将样品 (7.3) 置于铺有 0.8 g 纯铁助熔剂 (5.1) 的瓷坩埚 (6.4) 内，再覆盖 1 g 纯钨助熔剂 (5.2) 于试料上面，钳取坩埚置于炉台座上，等待上机分析。

### 8.2 空白试验

随同样品进行双份空白试验，空白试验应与样品试验同时进行，采用相同的试验步骤，所用的试剂应取自同一瓶，加入同等的量。

### 8.3 验证试验

随同样品进行验证试验，验证试验与样品试验同时进行，采用相同的试验步骤，用和样品基体相似、含量相近的国家标准物质作为验证试验用样品。

### 8.4 平行试验

随同样品进行平行试验，平行试验与样品试验同时进行，采用相同的试验步骤。

### 8.5 测定

8.5.1 仪器分析前要充分预热，按仪器使用说明书调试检查仪器，使仪器处于正常稳定状态。

8.5.2 利用仪器检漏程序或其他辅助设备确定仪器无漏气现象。



8.5.3 校准曲线绘制：根据测量范围自选取质量分数不同的 5 个标准物质，按照样品测定条件建立校准曲线。

8.5.4 不能按照（8.5.3）建立校准曲线的，可采用单点校正。单点校正法：称取三份碳、硫标准物质，置于预先盛有 0.8 g 纯铁助熔剂（5.1）的瓷坩埚（6.4）内，覆盖 1 g 纯钨助熔剂（5.2），将坩埚置于炉台座上，按仪器说明书操作，依次进行分析，测得结果的波动应在允许误差范围内，作单点曲线校正后，再称取一个碳、硫标准物质分析，以确认仪器处于正常稳定状态（参见附录 A.1）。

8.5.5 按仪器说明书操作，对样品依次进行分析并读取结果。每批样品测定时，同时测定空白试验（8.2）、验证试验（8.3）样品。

8.5.6 每批样品独立地进行两次测定，取其平均值。

## 9 试验数据处理

计算结果以质量分数  $w(B)$  计，数值以 % 表示，按下式计算碳、硫含量：

$$w(B) = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中：

$m_1$ ——为测得的碳、硫量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——样品的质量数值，单位为克（g）。

所得结果按 GB/T 14505 表示为：X.XX%、0.XXX%、0.0XX%。

## 10 准确度

### 10.1 正确度

按 GB/T 6379.4 规定的方法，得到高频燃烧红外吸收法测定铀矿石中碳、硫含量的方法正确度数据参见附录 B 中的表 B.1。

### 10.2 精密度

10.2.1 按 GB/T 6379.2 规定的方法，得到高频燃烧红外吸收法测定铀矿石中碳、硫含量的重复性和再现性即方法精密度数据统计结果见表 1 和参见附录 B 中的表 B.1。

10.2.2 在重复性条件下获得的两次独立测试结果，在表 1 给出的含量水平范围  $m$  内，其绝对差值超过重复性限（ $r$ ）的情况不超过 5%，重复性限（ $r$ ）按表 1 所列公式计算。

10.2.3 在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 1 给出的含量水平范围  $m$  内，其绝对差值超过再现性限（ $R$ ）的情况不超过 5%，再现性限（ $R$ ）按表 1 所列公式计算。

表 1 方法精密度

单位为 %

元素	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
碳	0.079~12.88	$r = 0.0095m^{0.6363}$	$R = 0.0097m^{0.6294}$
硫	0.073~1.43	$r = 0.0020 + 0.0095m$	$R = 0.0023 + 0.0093m$

注：精密度数据是依据 GB/T 6379.2，由 8 家实验室对 5 个不同含量水平的矿石样品，分别在重复性条件下测定 4 次，对数据统计剔除离群后计算得到。

## 11 质量保证和控制

11.1 按照 DZ/T 0130.3 的要求进行，在测试过程中，采用标准物质验证、空白试验、加标回收、方法比对和重复分析等方法进行质量保证与控制。

11.2 每批样品分析，应同时进行两个空白试验。

11.3 每批样品分析，应同时进行 20%~30%的平行试验分析和 1 个~2 个同岩性标准物质验证试验。

11.4 每次样品分析应绘制校准曲线，校准曲线的相关系数应大于或等于 0.995。

附 录 A  
(资料性)  
仪器参考工作条件

使用高频红外碳硫分析仪参考工作条件见表A.1。

表 A.1 高频燃烧红外碳硫仪工作参考指标

工作参数	设定条件	
	碳 (C)	硫 (S)
载气压力/PSI	35	35
载气流量/(L/min)	3	3
保持时间/s	35	45

## 附录 B

(资料性)

## 实验室间精密度协作试验数据统计结果

根据 GB/T 6379.2 和 GB/T 6379.4 确定了测量方法的重复性限与再现性限以及分析方法的偏倚，统计参数结果见表 B.1 和 表 B.2。

表 B.1 碳测定的重复性限与再现性限及测量方法偏倚

统计参数	C				
	水平				
	GBW07106	GBW07114	GBW07365	GBW07366	GBW04130
	石英砂岩	岩石	水系沉积物	水系沉积物	含铀砂岩
参加实验室数 ( $p$ )	8	8	8	8	8
可接受结果的实验室数 ( $p$ )	8	8	8	8	8
总平均值 ( $\bar{y}$ ) (%)	0.099	12.87	2.60	0.93	0.54
标准值 ( $\mu$ ) (%)	0.10	12.88	2.60	0.93	0.54
不确定度 (%)	/	/	0.1	0.1	0.02
重复性标准差 $S_r$ (%)	0.0027	0.0122	0.0064	0.0021	0.0083
重复性变异系数 (%)	2.668	0.095	0.246	0.222	1.54
重复性限 $r$ (%)	0.0075	0.0344	0.0181	0.0057	0.0234
再现性标准差 $S_R$ (%)	0.0032	0.0136	0.0064	0.0020	0.0090
再现性变异系数 (%)	3.182	0.106	0.245	0.216	1.68
再现性限 $R$ (%)	0.0089	0.0384	0.0181	0.0058	0.0256
测量方法偏倚 ( $\delta$ ) (%)	-0.001	-0.006	0.004	0.001	-0.002
$\delta - AS_R^a$ (%)	-0.003	-0.017	-0.001	-0.001	-0.0058
$\delta + AS_R^a$ (%)	0.002	0.004	0.009	0.002	0.0018
相对误差 (RE) (%)	2.925	0.163	-0.029	-0.05	-0.37

<sup>a</sup>  $AS_R$ 为测量方法偏倚的 95%置信区间。

表B. 2 硫测定的重复性限与再现性限及测量方法偏倚

统计参数	S				
	水平				
	GBW04101	GBW04102	GBW04103	GBW04104	GBW04130
	铀矿石	铀矿石	铀矿石	铀矿石	含铀砂岩
参加实验室数 ( $p$ )	8	8	8	8	8
可接受结果的实验室数 ( $p$ )	8	8	8	8	8
总平均值 ( $\bar{y}$ ) (%)	0.249	0.939	0.0213	0.695	0.176
标准值 ( $\mu$ ) (%)	0.244	0.937	0.0208	0.689	0.17
不确定度 (%)	0.033	0.08	0.004	0.02	0.01
重复性标准差 $S_r$ (%)	0.0057	0.0065	0.00053	0.0064	0.0083
重复性变异系数 (%)	2.30	0.69	2.49	0.92	4.72
重复性限 $r$ (%)	0.0162	0.0184	0.0015	0.0182	0.0234
再现性标准差 $S_R$ (%)	0.0102	0.0076	0.00059	0.0069	0.0090
再现性变异系数 (%)	4.08	0.81	2.77	0.99	5.11
再现性限 $R$ (%)	0.0287	0.0214	0.0017	0.0194	0.0256
测量方法偏倚 ( $\delta$ ) (%)	0.005	0.002	0.0005	0.006	0.009
$\delta - AS_R^a$ (%)	-0.001	-0.002	0.0002	0.003	0.002
$\delta + AS_R^a$ (%)	0.01	0.006	0.0008	0.009	0.010
相对误差 (RE) (%)	2.01	0.21	2.35	0.86	5.03

<sup>a</sup>  $AS_R$ 为测量方法偏倚的95%置信区间。

## 参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法。
- [2] GB/T6379.4-2006 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法。
-