



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4766—2017

## 水泥中三氧化硫的测定 离子色谱法

Determination of sulfur trioxide in common cement—  
Ion chromatography

2017-05-12 发布

2017-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：张剑、封亚辉、李建军、严文勋、高颖、郑建明、卢志刚、戴东情、包敏、刘逸君。

# 水泥中三氧化硫的测定

## 离子色谱法

### 1 范围

本标准规定了水泥中三氧化硫含量的离子色谱测定方法。

本标准适用于通用硅酸盐水泥中三氧化硫含量的测定,测定范围为:0.038%~5.20%。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6379.2 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在线性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12573 水泥取样方法

### 3 方法提要

试样以硝酸溶解,硫酸盐进入水溶液中,用离子色谱仪测定。以保留时间定性,外标法定量。测定结果以三氧化硫计。

### 4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 硝酸  $\rho=1.42$  g/mL。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3  $\text{SO}_4^{2-}$  标准溶液(1 000 mg/L):有证标准物质。

4.4  $\text{SO}_4^{2-}$  标准贮存溶液(100 mg/L):取 10.00 mL  $\text{SO}_4^{2-}$  标准溶液(4.3)于 100 mL 容量瓶(5.5)中,用水稀释至刻度,混匀。

### 5 仪器和设备

5.1 分析天平:感量 0.1 mg。

5.2 离子色谱仪:配备抑制器和电导检测器。

5.3 IC-H 柱。

5.4 尼龙滤膜:0.22  $\mu\text{m}$ 。

5.5 容量瓶:100 mL,250 mL。

5.6 方孔筛:80  $\mu\text{m}$ 。



6 试样制备

按照 GB/T 12573 方法取样,送往实验室的样品应是具有代表性的均匀性样品。采用四分法或缩分器将试样缩分,经方孔筛(5.6)筛析,充分混均,装入试样瓶中,密封保存,供测定用。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g。

7.2 测定次数

对同一试样,至少独立测定两次,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 色谱分析条件

色谱条件参见附录 A。

7.5 测定

7.5.1 样品前处理

将试料(7.1)放入 200 mL 烧杯中,加水 50 mL,搅拌使试样完全分散,在搅拌下加入 1 mL 硝酸(4.2),用平头玻璃棒压碎块状物,加热煮沸并保持微沸 5 min,用中速滤纸过滤,冷却至室温后将溶液转移至 250 mL(5.5)容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。取上述溶液过 IC-H 柱(5.3)和尼龙滤膜(5.4),滤液待测。

7.5.2 样品测试

待测溶液导入离子色谱仪进行检测。根据  $\text{SO}_4^{2-}$  保留时间定性,通过色谱峰面积定量。试液中  $\text{SO}_4^{2-}$  的响应值应在标准曲线范围之内,若浓度过高,应适当稀释。

7.6 标准工作曲线的绘制

准确移取  $\text{SO}_4^{2-}$  标准贮存溶液(4.4)0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 于一组 100 mL 容量瓶(5.5)中,用水稀释至刻度,混匀,进离子色谱仪测定。以硫酸根的浓度(mg/L)为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。典型离子色谱图参见附录 B。

7.7 结果计算

按式(1)计算试样中三氧化硫的质量分数 X。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f \times 10^{-6}}{m} \times 0.833\ 3 \times 100(\%) \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中三氧化硫质量分数,%;



$\rho$  ——试液中硫酸根浓度,单位为毫克每升(mg/L);  
 $\rho_0$  ——空白溶液中硫酸根浓度,单位为毫克每升(mg/L);  
 $V$  ——试液体积,单位为毫升(mL);  
 $f$  ——稀释因子;  
0.833 3 ——硫酸根对三氧化硫的换算系数;  
 $m$  ——试样质量,单位为克(g);  
分析结果保留至小数后二位。

8 方法精密度

由 5 个实验室对 3 个水平的试样进行方法精密度试验,按照 GB/T 6379.2 标准进行统计。精密度数据如表 1 所示。

表 1 精密度 %(质量分数)

水平范围( $m$ )	重复性限( $r$ )	再现性限( $R$ )
0.038~5.20	$r=0.016\ 7\ m+0.033\ 3$	$R=0.040\ 2\ m+0.051\ 6$

附 录 A  
(资料性附录)  
参考色谱条件

- A.1 色谱柱: 选用 IonPac® AS11 型阴离子分离柱 (2 mm × 250 mm) 和 IonPac® AG11 型保护柱 (2 mm × 50 mm), 或选用性能相当的高容量阴离子交换柱。
- A.2 柱温箱温度: 30 °C。
- A.3 淋洗液: 30 mmol/L 的氢氧化钾溶液。
- A.4 抑制器: ASRS® 300 4 mm 阴离子抑制器, 抑制电流 75 mA, 或选用其他性能相当的抑制器。
- A.5 淋洗液流速: 1.0 mL/min。
- A.6 进样体积: 25 µL。

附 录 B  
(资料性附录)  
 $\text{SO}_4^{2-}$  标准溶液离子色谱图

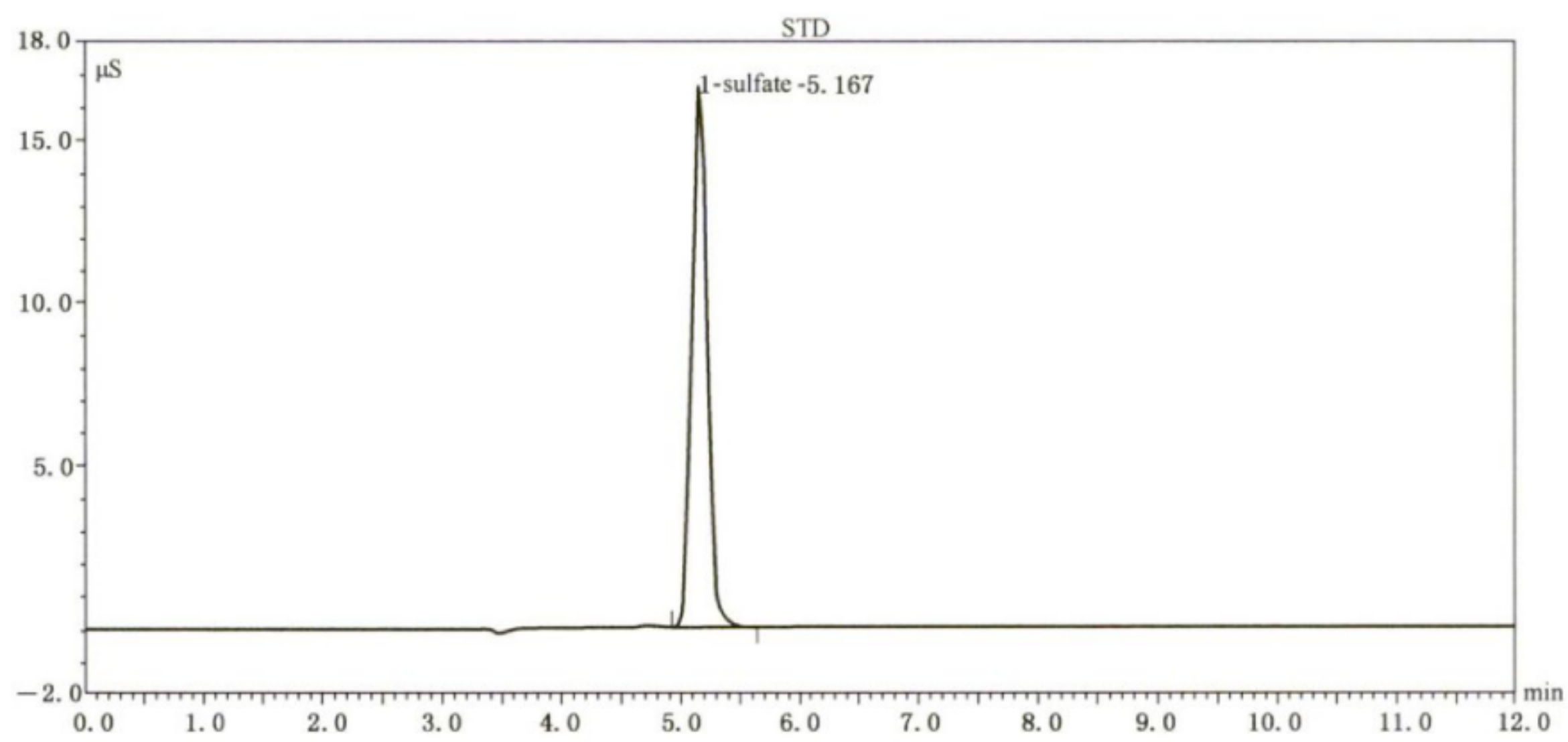


图 B.1  $\text{SO}_4^{2-}$  标准溶液离子色谱图