



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2297.6—2012

石膏及石膏制品 第 6 部分：单质硫的测定

Gypsum and gypsum products—Part 6: Determination of sulfur

2012-12-12 发布

2013-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布



前 言

SN/T 2297《石膏及石膏制品》共分为 6 部分：

- 第 1 部分：锶含量的测定；
- 第 2 部分：有机物的测定；
- 第 3 部分：硫化物含量的测定；
- 第 4 部分：可挥发含硫化合物的测定；
- 第 5 部分：硫含量的测定 气相色谱-质谱法；
- 第 6 部分：单质硫的测定。

本部分为 SN/T 2297 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国福建出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：魏红兵、王素梅、杨丽飞、周洛、陈广志、梁鸣、刘绍丛、王虹。

石膏及石膏制品

第 6 部分：单质硫的测定

1 范围

SN/T 2297 的本部分规定了高温燃烧红外吸收法测定建筑用石膏及石膏制品中单质硫的含量。
本部分适用于建筑用石膏及石膏制品单质硫含量的测定，方法检测低限为 2 mg/kg。

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 2007.2 散装矿产品取样、制样通则

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再现性的基本方法

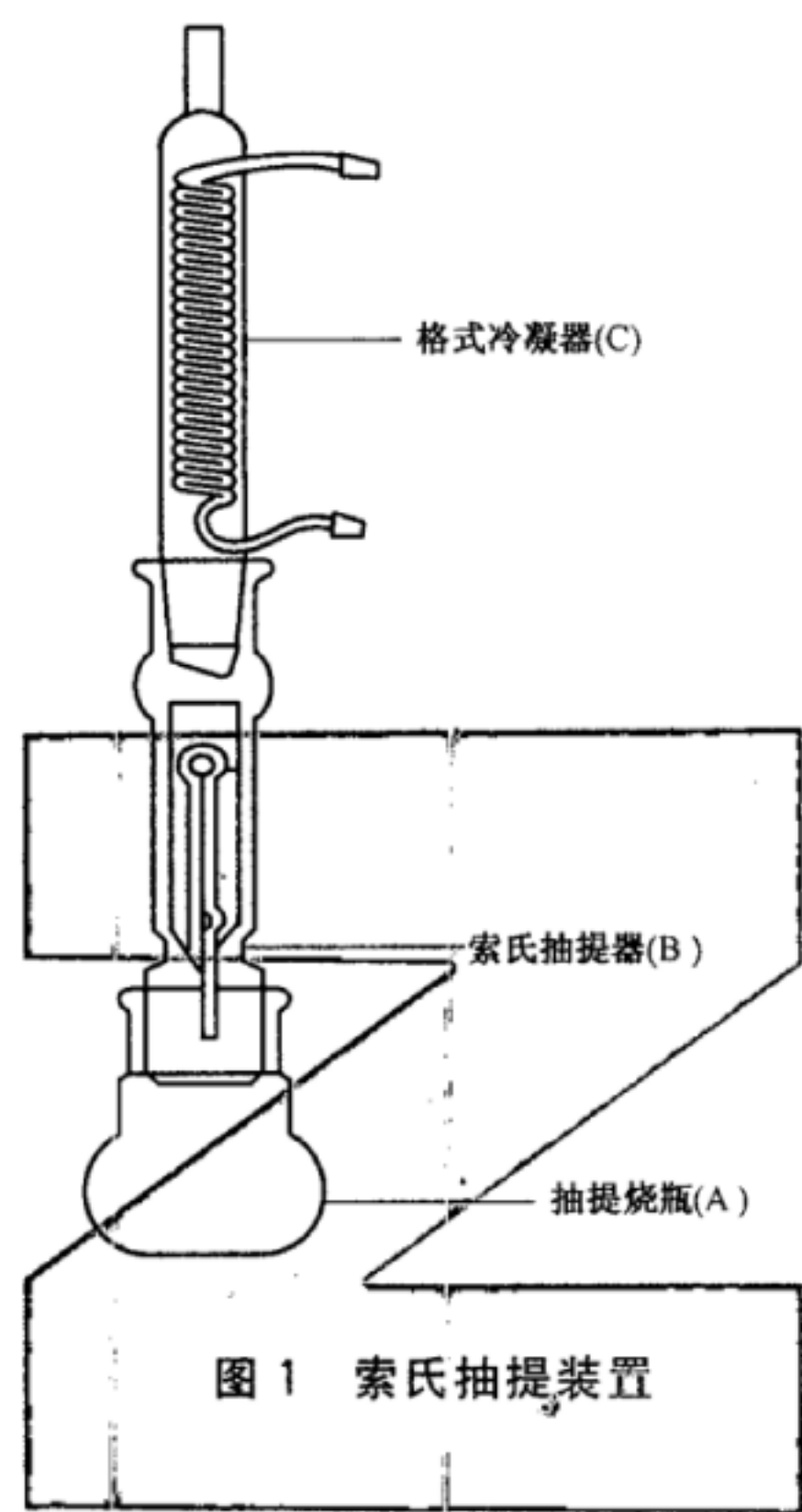
GB/T 21297 实验室玻璃仪器 互换锥形磨砂接头

3 方法提要

用丙酮抽提出样品中的单质硫，并在盛放丙酮的烧瓶中加入一定量的高纯铜片，铜与抽提出的硫反应生成铜的硫化物。用高温燃烧红外吸收法测定反应后的高纯铜片中的硫含量，再按照计算公式换算成样品中的单质硫含量。

4 仪器和设备

- 4.1 超离心研磨仪：转速能达到 14 000 r/min。
- 4.2 分析天平：感量 0.1 mg。
- 4.3 碳硫分析仪：具有管式加热炉，温度能达到 1 350 ℃。
- 4.4 坩埚：陶瓷，尺寸为 50 mm×15 mm×10 mm。
- 4.5 索氏抽提装置：如图 1 所示。包括抽提烧瓶(A)，索氏抽提器(B)和格式冷凝器(C)。允许使用功能相同的仪器取代图 1 中所述的仪器。所有的磨口接口都要遵从 GB/T 21297 中的要求，并在组装前用甘油密封。



5 试剂和材料

- 5.1 浓硝酸:70%(质量分数), $\rho_{20}=1.42\text{ mg/m}^3$ 。
- 5.2 硝酸溶液(10+6):把 10 体积的浓硝酸(5.1)加入 6 体积去离子水中。
- 5.3 丙酮:分析纯。
- 5.4 无水硫酸钠:分析纯。
- 5.5 甘油。
- 5.6 高纯铜片:99.99%。
- 5.7 纯铜成分分析标准物质:GBW02141。

6 试样制备

- 6.1 石膏矿:按照 GB/T 2007.2 制备试样,并将试样置于密闭容器保存,防止污染。
- 6.2 石膏板:将干燥样品切割或敲打成小片,将小片放入研钵,用研杵敲打样品,使表层纸松开,当表层纸与石膏板板芯分离后,用手取出纸片,仔细地将纸上残留的粉末刮掉,当所有的纸都从石膏板样品上剥离后,用超离心研磨仪(4.1)将样品破碎至粒度小于 0.25 mm,超离心研磨仪(4.1)转速选定 14 000 r/min,充分混合研磨后的样品,获得试样。将试样置于密闭容器保存,防止污染。

7 分析步骤

7.1 提取

称取约 10 g 试样,精确至 0.1 mg,将试料与等量的无水硫酸钠(5.4)混合均匀,将试料与无水硫酸钠的混合物用经丙酮(5.3)抽提过的滤纸包好,放入索式抽提器中。

将高纯铜片(5.6)放在冷的硝酸溶液(5.2)中浸泡几秒钟,使其清洁光亮,用蒸馏水反复冲洗,彻底

去除酸迹,再用丙酮(5.3)冲洗并晾干。

向抽提烧瓶中倒入 140 mL 丙酮(5.3),再加入处理好的高纯铜片(5.6)约 0.5 g,精确至 0.1 mg。

组装索氏抽提装置(4.5)并调节加热速度,使蒸馏出的丙酮(5.3)每小时装满索氏抽提器 10~20 次,抽提 3 h。

抽提过程中如果所加入的高纯铜片(5.6)严重变黑,则再加入处理好的高纯铜片(5.6)。

7.2 测定

7.2.1 碳硫分析仪条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出碳硫仪分析的通用参数。设定的参数应保证碳硫分析仪分析时被测组分能得到有效测定,下列给出的参数已被证明对测试是可行的:

- a) 温度:1 350 ℃;
- b) 氧气流速:3 L/min;
- c) 氧气压力:0.15 MPa;
- d) 最短分析时间:60 s;
- e) 比较水平:1.00;
- f) 试样量:0.5 g~1.0 g。

7.2.2 碳硫分析仪测定

称量反应后的高纯铜片质量,供碳硫分析仪(4.3)测定。测定时使用的空坩埚需在1 300 ℃ 马弗炉内灼烧 2 h,使用纯铜成分分析标准物质(5.7)建立标准曲线。

7.3 结果计算

按式(1)计算样品的单质硫含量 X,数值以毫克每千克(mg/kg)表示。

$$X = \frac{m_1 \times x \times 10^4}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:
X ——样品中单质硫含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
m₁ ——反应后的高纯铜片质量,单位为克(g);
x ——反应后的高纯铜片中的硫含量(以质量分数计);
m ——称取的试样质量,单位为克(g)。
取两次结果平均值报告结果,分析结果保留至整数位。

8 方法精密度

由 8 个实验室对 5 个水平的试样进行方法精密度试验,按照 GB/T 6379.2 进行统计,结果见表 1。

表 1 方法精密度 单位为毫克每千克

水平范围	重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
2~1 200	$y=0.328\ 8x^{0.770\ 1}$	$y=0.515\ 1x^{0.744\ 0}$

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

石膏及石膏制品

第 6 部分：单质硫的测定

SN/T 2297.6- 2012

*

中国标准出版社出版

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

总编室：(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2013 年 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号：155066·2-25324 定价 14.00 元



SN/T 2297.6-2012