



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3321.2—2013

---

## 石灰石、白云石 第2部分：碳、硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法

Limestone and dolomite—Part 2: Determination of carbon and sulfur content—  
High frequency combustion with infrared absorption method

2013-08-30 发布

2014-03-01 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 3321《石灰石、白云石》共分为 2 部分：

- 第 1 部分：镁、硅、铝、铁、锰和磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 2 部分：碳、硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法。

本部分为 SN/T 3321 的第 2 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：中华人民共和国福建出入境检验检疫局、中华人民共和国江西出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：陈金凤、陈章捷、钟坚海、梁鸣、许才明、廖燕燕、江龙发。

## 石灰石、白云石 第2部分:碳、硫含量 的测定 高频燃烧红外吸收法

### 1 范围

SN/T 3321 的本部分规定了高频燃烧红外吸收法测定石灰石、白云石中的碳和硫含量。

本部分适用于石灰石、白云石中碳和硫含量的测定,其中碳含量的测定范围(质量分数)为10%~15%,硫含量的测定范围(质量分数)为0.02%~0.2%。

### 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 散装矿产品的取样、制样通则 手工制样方法

### 3 方法提要

试样于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成的二氧化碳(或一氧化碳)、二氧化硫由氧气载至红外线分析器的测量室,二氧化碳(或一氧化碳)、二氧化硫吸收某特定波长的红外能,其吸收能与其浓度成正比,根据检测器接受能量的变化可测得碳和硫含量。

### 4 试剂和材料

除非另有说明,仅使用分析纯试剂。

- 4.1 纯铁助熔剂:碳含量小于0.001%,硫含量小于0.001%。
- 4.2 钨粒:碳含量小于0.002%,硫含量小于0.000 5%。
- 4.3 碳酸钙纯度标准物质:含量大于99.9%的细粉。在120℃干燥4 h,干燥器中冷却。
- 4.4 石灰石、白云石系列有证标准物质。
- 4.5 氧气:纯度大于99.5%。

### 5 仪器和设备

分析过程中,除另有规定,仅使用满足下列要求的普通仪器装置。

- 5.1 红外碳、硫分析仪。
- 5.2 瓷坩埚:使用前在1100℃高温炉中灼烧2 h,冷却后保存在干燥器中备用。
- 5.3 分析天平:精度为0.1 mg。

### 6 试样制备

- 6.1 按GB/T 2007.2制备试样,试样应加工至粒度小于0.125 mm。

6.2 石灰石、白云石试样分析前在 105℃~110℃干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 7 分析步骤

**警告:**与燃烧分析有关的主要危险是预烧坩埚及由此产生的熔融状态时发生的燃烧。任何时候都要使用坩埚钳,并将用过的坩埚存放在合适的容器中。打开氧气阀时要小心。燃烧过程中的氧气必须从仪器中清除掉,因为高浓度的氧气在狭小的空间中易造成火灾。

### 7.1 仪器调试

按照厂家说明书组装仪器,并准备操作。检查燃烧单元和测量单元的气密性。在校准和测量试样前,必须检查调试仪器,保证仪器处于正常稳定的工作状态,并确定最佳的分析条件。

### 7.2 空白试验

随同试样分析做空白试验。按照试样的分析方法,添加相应的纯铁助熔剂、钨粒。至少进行三次空白试验。在随后的试样测量中扣除空白。

### 7.3 校准

#### 7.3.1 用碳酸钙纯度标准物质校准碳

称取碳酸钙纯度标准物质(4.3)0.05 g,准确到 0.000 1 g,置于烧过并铺有 0.2 g 纯铁助熔剂(4.1)的坩埚(5.2)中,再覆盖 1.2 g 的钨粒(4.2),测量至少三次,进行系统线性调节。

#### 7.3.2 用石灰石、白云石标样校准硫

根据待测试样的硫含量,称取适当的标准物质(4.4)0.2 g,准确到 0.000 1 g,置于烧过并铺有 0.2 g 纯铁助熔剂(4.1)的坩埚(5.2)中,再覆盖 0.2 g 的纯铁助熔剂(4.1)和 1.2 g 的钨粒(4.2),测量至少三次,进行系统线性调节。

### 7.4 试样分析

#### 7.4.1 碳含量的测定

称取 0.05 g 试样,准确至 0.000 1 g,置于烧过并铺有 0.2 g 纯铁助熔剂(4.1)的坩埚(5.2)中,再覆盖 1.2 g 的钨粒(4.2),用测定标样相同的测试条件、程序、操作进行测量。

#### 7.4.2 硫含量的测定

称取 0.2 g 试样,准确至 0.000 1 g,置于烧过并铺有 0.2 g 纯铁助熔剂(4.1)的坩埚(5.2)中,再覆盖 0.2 g 的纯铁助熔剂(4.1)和 1.2 g 的钨粒(4.2),用测定标样相同的测试条件、程序、操作进行测量。

## 8 结果计算

按式(1)计算碳和硫的含量,以质量分数表示:

$$w = 100 \times \frac{(m_T - m_0) \times C}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w$  ——试样中元素的质量分数,%;

$m_T$  ——试样中元素的质量,单位为克(g);  
 $m_0$  ——空白中元素的质量,单位为克(g);  
 $C$  ——重量补偿参数;  
 $m$  ——试样的质量,单位为克(g)。

注: 由于大多数商业仪器直接计算质量分数,包括了对空白和样品重量的校正,因此分析者不应进行此类计算。

9 结果表示

结果取三次平行测定结果的平均值。  
碳含量结果保留至小数点后第二位,硫含量结果保留至小数点后第三位。

10 精密度

本精密度是由 5 个实验室对三个水平试样中的碳含量,以及两个水平试样中的硫含量进行测定,数据统计后确定。具体精密度数据见表 1。

表 1 方法的精密度

元素	水平范围 (质量分数)/%	重复性限	再现性限
C	10.0~13.0	$r=0.15$	$R=0.16$
S	0.04~0.10	$r=0.006$	$R=0.008$

\_\_\_\_\_