



中华人民共和国国家标准

GB/T 3286.7—2014
代替 GB/T 3286.7—1998

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

Methods for chemical analysis of limestone and dolomite—
Part 7: The determination of sulphur content— The pipe furnace combustion
iodic acid potassium titration method, the high frequency combustion with
infrared absorption method and the barium sulfate gravimetric method

2014-09-30 发布

2015-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 管式炉燃烧-碘酸钾滴定法	1
4 高频燃烧红外吸收法	7
5 硫酸钡重量法	9
6 试验报告	12
附录 A (规范性附录) 试样分析结果接受程序流程图	13
附录 B (资料性附录) 管式炉燃烧-碘滴定法测定石灰石、冶金石灰中硫含量	14
附录 C (资料性附录) 高频感应红外碳硫分析仪	17
附录 D (资料性附录) 精密度试验函数关系式及原始数据	18

前 言

GB/T 3286《石灰石及白云石化学分析方法》分为 9 个部分：

- 第 1 部分：氧化钙和氧化镁含量的测定 络合滴定法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法；
- 第 3 部分：氧化铝含量的测定 铬天青 S 分光光度法和络合滴定法；
- 第 4 部分：氧化铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氧化锰含量的测定 高碘酸盐氧化分光光度法；
- 第 6 部分：磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法；
- 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；
- 第 8 部分：灼烧减量的测定 重量法；
- 第 9 部分：二氧化碳含量的测定 烧碱石棉吸收重量法。

本部分为 GB/T 3286 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 3286.7—1998《石灰石、白云石化学分析方法 硫量的测定》，与 GB/T 3286.7—1998 相比，主要技术变化如下：

- 将标准名称改为《石灰石、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》；
- 增加了高频燃烧红外吸收法；
- 将原硫酸钡重量法、管式炉燃烧-碘酸钾滴定法在标准中的顺序进行了互换；
- 硫酸钡重量法和管式炉燃烧-碘滴定法的测定范围分别改为大于或等于 0.10% 及 0.01%～0.5%；
- 规范性引用文件取消了引用标准年号，并增加了部分引用标准；
- 管式炉燃烧-碘酸钾滴定法中增加了用同类标准物质/标准样品的滴定度计算方法；
- 进行了实验室间精密度共同试验，用统计得到的重复性限 r 和再现性限 R 代替了“允许差”。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本部分起草单位：武汉钢铁(集团)公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：闻向东、余卫华、谭谦、陈士华、张穗忠、邵梅、曹宏燕、仇金辉、文斌、高建平、王姜维。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3286.14—1984；
- GB/T 3286.15—1993；
- GB/T 3286.7—1998。

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

警告：使用本部分的人员应有正规实验室工作实践经验。本部分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。

1 范围

GB/T 3286 的本部分规定了用管式炉燃烧-碘酸钾滴定法、高频燃烧红外吸收法和硫酸钡重量法测定硫含量。

本部分适用于石灰石、白云石中硫含量的测定，及冶金石灰中硫含量的测定。管式炉燃烧-碘酸钾滴定法和高频燃烧红外吸收法测定范围(质量分数)为 0.01%~0.5%；硫酸钡重量法测定范围(质量分数)为硫含量大于或等于 0.10%；附录 B 管式炉燃烧-碘滴定法测定范围(质量分数)为硫含量不小于 0.01%。

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 手工制样方法

GB/T 3286.8 石灰石及白云石化学分析方法 第8部分：灼烧减量的测定 重量法

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 管式炉燃烧-碘酸钾滴定法

3.1 原理

试料与三氧化钨混合，在氮气流中于 $1\ 275\ ^\circ\text{C} \pm 25\ ^\circ\text{C}$ 加热燃烧，将试料中硫全部转化为二氧化硫，以酸性碘化钾-淀粉溶液吸收，用碘酸钾标准滴定溶液滴定。

3.2 试剂和材料

3.2.1 说明

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

3.2.2 氮气

氮气，纯度大于 99.5%。