



# 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0480.1~0480.13—95

---

## 出口重晶石分析方法

Methods of analysis of baryte for export

1995-09-06 发布

1996-01-01 实施

---

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

# 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

## 出口重晶石分析方法 水溶性碱土金属(以钙计)的测定

SN/T 0480.9—95

Method of analysis of baryte for export  
Determination of water-soluble alkaline  
earth metals as calcium

代替 WM 3023—88

### 1 主要内容与适用范围

本标准规定了出口钻井用重晶石粉中水溶性碱土金属(以钙计)含量的测定方法。

本标准适用于出口钻井用重晶石粉中水溶性碱土金属(以钙计)含量的测定。

### 2 方法提要

100 g 试样溶解于 100 mL 蒸馏水中,用 EDTA 络合滴定法测定碱土金属含量(以钙计算)。

### 3 试剂

#### 3.1 氯化铵(固体)

#### 3.2 氨水( $\rho 0.9$ );

3.3 碱性缓冲液:称取氯化铵 7.5 g,加入 970 mL 氨水,用蒸馏水稀释至 1 L。

3.4 铬黑 T 指示剂(0.1%):称取 0.10 g 铬黑 T 和 1 g 盐酸羟胺,溶于 100 mL 无水乙醇中。

3.5 EDTA 标准溶液(0.01 M):称取 3.72 g 分析纯 EDTA 溶于蒸馏水中,稀释至 1 L,摇匀。

3.5.1 EDTA 标准溶液的标定:称取 0.2 g(称准至 0.000 2 g)于 300°C 灼烧至恒重的基准氧化锌。用少许水润湿,滴加 6 N 盐酸至样品溶解,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。吸取 30.00 mL 锌溶液,加 70 mL 蒸馏水,用氨水(1+9)中和至 pH7~8,加 10 mL 碱性缓冲溶液,加 5 滴铬黑 T 指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。

计算:

$$M = \frac{W}{(V - V_0) \times 0.08138} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $M$ ——EDTA 标准溶液的浓度, mol/L;

$W$ ——吸取氧化锌溶液相当于所称氧化锌的质量, g;

$V$ ——EDTA 溶液的用量, mL;

$V_0$ ——空白试验 EDTA 溶液的用量, mL;

0.08138——每毫克分子氧化锌之克数。

## 4 试样

通过 200 目筛,并在  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  烘干 2 h。

## 5 分析步骤

称取 100 g 试样(准确至 0.05 g),置于 250 mL 具塞锥形瓶中,准确加入 100 mL 蒸馏水,塞好瓶塞,在 1 h 内间歇地摇动锥形瓶不少于 5 min;或置于振荡器上振荡 20~30 min。

用慢速滤纸干过滤,弃去最初 10 mL 滤液。吸取 10.00 mL 滤液于 100 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 蒸馏水,2 mL 氨性缓冲液,加入 3~5 滴铬黑 T 指示剂。用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

## 6 分析结果计算

$$\text{钙}(\text{mg/L}) = \frac{V \times M \times 40}{m} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $V$ ——滴定试液消耗 EDTA 标准溶液的体积, mL;

$M$ ——EDTA 标准溶液的浓度, mol/L;

$m$ ——吸取试液相当于试样质量, g。

## 7 允许差

		mg/L
钙	允 许 差	
250	24	

## 附加说明:

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国天津、广西进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人纪俊荣、赵文勤。