



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 硫酸钡的测定

SN/T 0480.5—95

代替 WM 3017—88

Method of analysis of baryte for export
Determination of barium sulphate

1 主要内容与适用范围

本标准规定了出口重晶石块(粉)中硫酸钡含量的测定方法。

本标准适用于出口重晶石块(粉)中硫酸钡含量的测定。

2 方法提要

试样用无水碳酸钠熔融后,硫酸钡转化为碳酸钡,然后用盐酸将其溶解为氯化钡,溶液在酸性介质中以硫酸为沉淀剂,使氯化钡生成硫酸钡,用重量法测定。

3 试剂

- 3.1 无水碳酸钠(固体粉末);
- 3.2 盐酸溶液(1+4);
- 3.3 盐酸溶液(1+1);
- 3.4 盐酸(ρ 1.19);
- 3.5 硫酸溶液(1+9);
- 3.6 碳酸钠洗液(1%);
- 3.7 氯化钡溶液(10%);
- 3.8 硝酸溶液(1+4);
- 3.9 硝酸银溶液(2%);
- 3.10 氨水(1+1);
- 3.11 甲基橙指示剂(0.1%)。

4 仪器

- 4.1 铂坩埚:30 mL;
- 4.2 高温炉:温度误差小于 $\pm 20^{\circ}\text{C}$ 。

5 试样

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

6 分析步骤

称取 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g)置于铂坩埚中。加 3 g 无水碳酸钠混匀,然后再覆盖 1 g 无水碳酸钠,盖好坩埚盖。置高温炉中逐渐升温到 950℃,30 min 后取出冷却。将坩埚放入 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 热蒸馏水,加热浸出熔融物,使熔块分散,洗净坩埚,稍冷即用中速定量滤纸过滤,用热碳酸钠洗液洗至无硫酸根离子(检验方法:取 2 mL 滤液于试管中,加 2 滴盐酸溶液(1+1)和 0.5 mL 氯化钡溶液,10 min 后溶液应保持透明)。弃去滤液,以 600 mL 干净烧杯承接漏斗。用热盐酸溶液(1+4)滴加于滤纸上溶解沉淀,并盖以表面皿以防溅失,如不易溶解可加盐酸(ρ 1.19)数滴,待碳酸盐全部溶解后,用热蒸馏水洗至滤液不含氯离子为止(检验方法:洗涤 10 次后,取 3~4 滴滤液于黑色滴板上,加 1~2 滴硝酸溶液,加 2~3 滴硝酸银溶液应无白色沉淀)。

用蒸馏水稀释至约 400 mL,加 2~3 滴甲基橙指示剂,用氨水中和,再加盐酸(1+1)至溶液呈红色后过量 4 mL。将溶液加热至沸,取下烧杯,在不断搅拌下缓缓滴加 10 mL 硫酸溶液(1+9)。微沸 2 min,于温处静置 4 h 或放置过夜。

用慢速定量滤纸过滤,以 500~600 mL 烧杯承接滤液。用热蒸馏水将沉淀全部转移到滤纸上并洗涤至滤液不含氯离子为止(检验方法同上)。将滤纸及沉淀置于已灼烧恒重的瓷坩埚内,干燥、灰化,并在 850℃ 高温炉内灼烧至恒重。

同时做空白试验。

7 分析结果计算

$$\text{硫酸钡}(\%) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100$$

式中: m ——试样质量, g;

m_1 ——坩埚和沉淀的质量, g;

m_2 ——坩埚的质量, g;

m_3 ——空白试验坩埚和沉淀的质量, g;

m_4 ——空白试验坩埚的质量, g。

8 允许差

		%
硫 酸 钡	允 许 差	
97 以下	0.30	
97 以上	0.40	

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广西进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人赵文勤。