

ICS 75.010
E 11
备案号: 8191—2001

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 5516—2000

碳酸盐岩化学分析方法

Chemical analysis method for carbonate rocks

2000-12-25 发布

2001-06-01 实施

国家石油和化学工业局 发布

目 次

前言	IV
1 范围	1
2 引用标准	1
3 试剂、溶液和材料	1
4 仪器和设备	2
5 试样制备	2
6 酸不溶物的测定	3
7 氧化钙、氧化镁的测定	3
8 三氧化二铁、三氧化二铝合量的测定	5
9 三氧化硫的测定	5
10 灼烧失量的测定	6
11 质量要求	7
12 数据处理	8
附录 A (标准的附录) 溶液的配制和标定	10
附录 B (提示的附录) 用不确定度表述的平行样品分析结果的质量要求	11

前 言

本标准是对 SY 5516—92 进行的修订。本次修订主要内容如下：

1. 对原标准第 1 章、第 3 章、第 10 章和 2.1, 2.2, 6.1, 6.2, 8.1, 8.3 进行了修改；
2. 将原标准 6.3, 8.3 分别归到 7.1.3 和 9.1.3 中；
3. 删除了原标准第 12 章，将其内容归到第 11 章中；
4. 增加了氧化钙、氧化镁、三氧化硫的离子色谱分析方法，增加引用了氧化钙、氧化镁的原子吸收光谱测定方法及电感耦合等离子体原子发射光谱分析方法；
5. 增加了用不确定度表述分析质量要求的方法，作为提示的附录；
6. 对原标准中不符合标准编写规范的个别文字和符号进行了修改。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准的附录 B 是提示的附录。

本标准自生效之日起，同时替代 SY 5516—92。

本标准由中国石油天然气集团公司提出。

本标准由石油地质勘探专业标准化委员会归口。

本标准起草单位：中国石油西南油气田分公司勘探开发研究院。

本标准主要起草人 唐 涤 张 鉴 苏忠锐 司徒明 王兰生

本标准于 1992 年 11 月首次发布，本次为第一次修订。

碳酸盐岩化学分析方法

代替 SY 5516—92

Chemical analysis method for carbonate rocks

1 范围

本标准规定了碳酸盐岩的化学分析方法和质量要求。

本标准适用于碳酸盐岩中的酸不溶物、氧化钙、氧化镁、三氧化硫、三氧化二铁、三氧化二铝的测定，以及灼烧失量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SY/T 5161—87 岩石中金属元素原子吸收光谱测定方法

SY/T 6404—1999 沉积岩中金属元素的电感耦合等离子体原子发射光谱分析方法

3 试剂、溶液和材料

3.1 试剂

- a) 氯化铵（分析纯）；
- b) 氨水（分析纯）；
- c) 盐酸（分析纯）；
- d) 氢氧化钠（分析纯）；
- e) 三乙醇胺（分析纯）；
- f) 氯化钡（分析纯）；
- g) 甲烷磺酸（分析纯）；
- h) 碳酸钠（分析纯）；
- i) 碳酸氢钠（分析纯）；
- j) 铬黑 T（分析纯）；
- k) 钙试剂（分析纯）；
- l) 硫酸钾（分析纯）；
- m) 甲基橙（分析纯）；
- n) 甲基红（分析纯）；
- o) 无水乙醇（分析纯）；
- p) 氧化锌（优级纯）。

3.2 溶液

- a) 盐酸溶液： $\omega_{\text{HCl}} = 2\%$ ；
- b) 盐酸溶液： $\varphi_{\text{HCl}} = 50\%$ ；
- c) 氢氧化钠溶液： $\omega_{\text{NaOH}} = 4\%$ ；
- d) 三乙醇胺溶液： $\varphi_{\text{三乙醇胺}} = 50\%$ ；

- e) 氯化钡溶液: $\omega_{\text{BaCl}_2} = 5\%$;
 - f) 乙醇溶液: $\omega_{\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}} = 60\%$;
 - g) 氨水溶液: $\varphi_{\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 50\%$;
 - h) 氨水—氯化铵缓冲溶液 ($\text{pH} \approx 10.0$): 称取 27g 氯化铵溶于适量的水中, 加浓氨水 197mL, 再用水冲稀至 1L;
 - i) 分析用水: 去离子水或重蒸馏水。
- 注: ω 为溶液的质量分数; φ 为溶液的体积分数。

3.3 标准溶液

- a) EDTA (乙二胺四乙酸二钠) 标准滴定溶液: 0.0125mol/L, 有效期为两个月, 配制和标定见附录 A (标准的附录);
- b) 钙离子标准溶液; 应符合 GBW (E) 080118 的规定;
- c) 镁离子标准溶液; 应符合 GBW (E) 080126 的规定;
- d) 硫酸根标准溶液; 应符合 GBW (E) 080267 的规定。

3.4 离子色谱淋洗液

- a) 阳离子淋洗液: 甲烷磺酸浓度为 15~35mmol/L;
- b) 阴离子淋洗液: $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3$ 二元洗脱液浓度分别为 2.0mmol/L 和 3.0mmol/L。

3.5 指示剂

- a) 铬黑 T 指示剂: $\rho = 5\text{g/L}$ (ρ 为溶液的质量浓度), 介质为体积分数, 等于 50% 的三乙醇胺溶液;
- b) 钙指示剂: 称取 0.5g 钙试剂和 5g 硫酸钾于玛瑙乳钵中, 研磨至粒径为 0.18mm 后保存在干燥器中;
- c) 甲基橙指示剂: $\rho = 1\text{g/L}$;
- d) 甲基红指示剂: $\rho = 1\text{g/L}$, 介质为质量分数等于 60% 的乙醇溶液。

3.6 材料

- a) 定量滤纸: $\phi 110\text{mm}$;
- b) 表面皿: $\phi 100\text{mm}$;
- c) 瓷坩埚: 10mL。

4 仪器和设备

- a) 离子色谱仪;
- b) 分析天平: 感量 0.1mg, 感量 0.1g;
- c) 容量瓶: 250mL, A 级;
- d) 烧杯: 250mL;
- e) 三角瓶: 250mL;
- f) 大肚移液管: 10mL, 25mL, 50mL, A 级;
- g) 酸式滴定管: 50mL, A 级;
- h) 电热板: 1000W;
- i) 电炉: 1000W;
- j) 电烘箱: 2400W;
- k) 高温炉: $1200^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 。

5 试样制备

取 20g 试验样品, 除去污物后研磨至粒径小于 0.072mm。在 105~110℃ 烘箱中保持 2h, 存于干

燥器中备用。

6 酸不溶物的测定

6.1 方法提要

碳酸盐岩岩样在稀盐酸溶液中经煮沸，其中的碱土金属碳酸盐被分解为金属离子和二氧化碳气体。石膏溶于液相中，不溶物包括二氧化硅、粘土及部分黄铁矿等。经过滤、洗涤、灰化、灼烧至恒量，然后测定酸不溶物的含量。

6.2 分析步骤

6.2.1 称取 0.5g 试样，精确至 0.0001g。将试样倒入烧杯中，用水润湿。

6.2.2 向烧杯中加入 50mL 盐酸溶液 [见 3.2a)]，并盖上表面皿，将烧杯置于电炉上，加热煮沸至无二氧化碳气泡产生为止。

6.2.3 用定量滤纸过滤上述溶液，并将烧杯中的残渣全部移滤到纸上，用热水洗涤残渣至无氯离子止。滤液和洗涤水一并收集在 250mL 的容量瓶中，定容、摇匀，记作滤液 A。保留滤液 A 用于氧化钙、氧化镁、三氧化二铁、三氧化二铝、三氧化硫的测定。

6.2.4 将残渣同滤纸移入已恒量的坩埚中，先在电炉上灰化，然后放入高温炉中，在 800℃ 下灼烧 30min；停止加热，待炉温降至 400℃ 时取出，放入干燥器内，冷却至室温，称量，再灼烧至两次称量之差小于 0.0004g。

6.3 计算

酸不溶物质量分数 ($\omega_{\text{酸不溶物}}$) 的计算见式 (1)：

$$\omega_{\text{酸不溶物}} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——不溶残渣加坩埚的质量，g；

m_2 ——坩埚的质量，g；

m ——试样的质量，g。

7 氧化钙、氧化镁的测定

7.1 络合滴定法

7.1.1 方法提要

钙、镁离子在 pH 值为 10 的缓冲溶液中，以铬黑 T 为指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定而测得含量。在 pH 值为 12 的介质中，镁离子以氢氧化镁沉淀形式析出，以钙试剂为指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定测得钙离子的含量。由差减法获得镁离子的含量。通过计算可得氧化钙、氧化镁的质量分数。均用三乙醇胺掩蔽铁离子、铝离子的干扰。

7.1.2 分析步骤

7.1.2.1 氧化钙的测定

用大肚移液管取 10mL 滤液 A 于三角瓶中，用水稀释至 70mL 后，依次加入 2mL 三乙醇胺溶液、10mL 氢氧化钠溶液、3mg 钙试剂，在不断摇动三角瓶的同时用 EDTA 标准滴定溶液滴定至纯蓝色时为滴定终点。EDTA 标准滴定溶液的消耗量记作 V_1 (mL)。

7.1.2.2 氧化钙、氧化镁含量的测定

用大肚移液管取 10mL 滤液 A 于三角瓶中，用水稀释至 70mL 后，依次加入 2mL 三乙醇胺溶液、10mL 氨水—氯化铵缓冲溶液、3~4 滴铬黑 T 指示剂，在不断摇动三角瓶的同时用 EDTA 标准滴定溶液滴定至纯蓝色时为滴定终点。EDTA 标准滴定溶液的消耗量记作 V_2 (mL)。

7.1.3 计算

氧化钙、氧化镁质量分数 (ω_{CaO} , ω_{MgO}) 的计算分别见式 (2) 和式 (3)：

$$\omega_{\text{CaO}} = \frac{cV_1 \times 0.05608}{m \times \frac{10}{250}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\omega_{\text{MgO}} = \frac{c(V_2 - V_1) \times 0.04030}{m \times \frac{10}{250}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： c ——EDTA 标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V_1 ——滴定氧化钙时，EDTA 标准滴定溶液的消耗量，mL；

m ——试样的质量，g；

V_2 ——滴定氧化钙、氧化镁含量时，EDTA 标准滴定溶液的消耗量，mL；

0.05608，0.04030——分别为与 1.00mLEDTA 标准滴定溶液 ($c_{\text{EDTA}} = 1.0000\text{mol/L}$) 完全反应所需要的氧化钙、氧化镁的质量，g。

7.2 离子色谱法

适用于介质 pH 值为 2~3 中的 1 价和 2 价金属离子的测定，最低检测质量浓度均为 0.05mg/L。

7.2.1 方法提要

试样注入后，在淋洗液的携带下流经分析柱，在柱中经反复淋洗与交换后，按 Na^+ ， K^+ ， Mg^{2+} ， Ca^{2+} ， Sr^{2+} 离子顺序依次被分离，经电导检测器进行测量后，由计算机计算并打印出试样中各离子含量 (mg/L)。

7.2.2 测定

7.2.2.1 色谱条件

- 淋洗液：甲烷磺酸， $c_{\text{CH}_3\text{SO}_3\text{H}}$ 为 15~35mmol/L；
- 淋洗液流速：选用被测各离子峰达到基线分离的流速；
- 阳离子分离柱。

7.2.2.2 标准溶液制备

在各被测离子的线性范围内，制备一个与试样中镁、钙离子含量近似的混合标准液。

7.2.2.3 测定

按色谱条件将仪器准备好，待基线稳定后，分别注入标准溶液及试样，计算机将测得各离子电信号强度与试样中相应离子电信号强度比较，计算并打印出样品中各离子含量 (mg/L)。

7.2.3 计算

氧化钙、氧化镁质量分数的计算见式 (4) 和式 (5)：

$$\omega_{\text{MgO}} = \frac{c_{\text{Mg}^{2+}} \times 1.6638}{\frac{m}{250} \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$\omega_{\text{CaO}} = \frac{c_{\text{Ca}^{2+}} \times 1.3992}{\frac{m}{250} \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中： $c_{\text{Mg}^{2+}}$ ——样品中镁离子的含量，mg/L；

$c_{\text{Ca}^{2+}}$ ——样品中钙离子的含量，mg/L；

m ——试样的质量，g；

1.6638—— $\frac{M_{\text{MgO}}}{M_{\text{Mg}}}$ ；

1.3992—— $\frac{M_{\text{CaO}}}{M_{\text{Ca}}}$ 。

注： M 为相对分子质量。

7.3 等离子光谱法

等离子光谱法见 SY/T 6404。

7.4 原子吸收光谱法

原子吸收光谱法见 SY/T 5161。

8 三氧化二铁、三氧化二铝含量的测定

8.1 方法提要

碳酸盐岩中可溶于热稀盐酸溶液的铁、铝等化合物，在氨水—氯化铵缓冲溶液中，铁离子、铝离子以氢氧化物胶体沉淀的形式由溶液中分离出来。沉淀物经过滤、洗涤、灰化、灼烧转变为三氧化二物形式后进行称量。

8.2 分析步骤

用大肚移液管取一定体积的滤液 A 于烧杯中，加 2~3 滴甲基红指示剂和 0.5g 氯化铵，置烧杯于电热板上加热至微沸；在不断搅拌的同时滴加氨水至溶液呈黄色，补加 2 滴氨水，煮沸，出现棕色沉淀物后，趁热在定量滤纸上过滤；将烧杯中沉淀物全部移至滤纸上，用热水洗涤沉淀物至滤液无氯离子。滤液和洗涤水一并收集于容量瓶中，定容，摇匀，记作滤液 B，保留滤液 B 用于三氧化硫的测定。

将沉淀物同滤纸放入已恒量的坩埚中，置坩埚于电炉上灰化，再放入高温炉，升温至 800℃，恒温 30min；停止加热，待炉温降至 400℃ 时取出坩埚并放入干燥器内，冷却至室温，称量，再灼烧直至两次称量之差小于 0.0004g。

8.3 计算

三氧化二铁、三氧化二铝含量质量分数计算见式 (6)：

$$\omega_{R_2O_3} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中： R_2O_3 —— Fe_2O_3 和 Al_2O_3 的含量；

m_1 ——坩埚加沉淀物的质量，g；

m_2 ——坩埚的质量，g；

m ——试样的质量，g。

9 三氧化硫的测定

9.1 重量法

9.1.1 方法提要

硫酸根与钡离子反应成的硫酸钡沉淀，经过滤、洗涤、灰化、灼烧至恒量，计算出三氧化硫的含量。铁离子干扰测定，应预先除去。

9.1.2 分析步骤

用大肚移液管取一定体积的滤液 B 于烧杯中，用水稀释至 120~150mL 的范围内，加 2~3 滴甲基红指示剂，并滴加盐酸溶液 [见 3.2b)] 至呈酸性；置烧杯于电热板上，加热至微沸，在搅拌的同时滴加 10mL 氯化钡溶液，于约 60℃ 的恒温条件下静置 4h；用定量滤纸过滤上述溶液，并将沉淀物全部留在滤纸上。

用热水洗涤沉淀物至无氯离子后，将沉淀物同滤纸放入已恒量的坩埚中，在电炉上灰化后放入高温炉，升温至 800℃，恒温 30min，停止加热。待炉温降至 400℃ 时，取出坩埚并放入干燥器内，冷至室温后称量，再灼烧直至两次称量之差小于 0.0004g。

9.1.3 计算

三氧化硫质量分数的计算见式 (7)：

$$\omega_{\text{SO}_3} = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.3429}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

0.3429——生成 1.0000g 硫酸钡所需要的三氧化硫的质量, g。

式中字母含义同前。

9.2 离子色谱法

适用于介质 pH 值为 2~3 中的硫酸根的测定, 最低检测质量浓度为 0.05mg/L。

9.2.1 方法提要

试样注入后, 在洗脱液的携带下流经阴离子分离柱, 在柱中经反复洗脱与交换后, 按氟、氯、溴、硫酸根离子的顺序依次被分离开来, 经电导检测器测定, 由计算机计算并打印出被测离子的含量。

9.2.2 测定

9.2.2.1 色谱条件

- Na₂CO₃·NaHCO₃ 二元洗脱液浓度分别为 2.0mmol/L 和 3.0mmol/L;
- 洗脱液流速: 选用试样中被测离子峰达到完全分离的流速;
- 阴离子分离柱。

9.2.2.2 标准溶液制备

在离子的线性范围内, 制备一个与试样中硫酸根含量近似的标准液。

9.2.2.3 测定

按色谱条件将仪器准备好, 待基线稳定后, 分别注入标准溶液及试样, 计算机将测得的离子电信号强度与试样中相应离子电信号强度比较, 计算并打印出样品中离子含量 (mg/L)。

9.2.3 计算

三氧化硫质量分数 (ω_{SO_3}) 的计算见式 (8):

$$\omega_{\text{SO}_3} = \frac{c_{\text{SO}_4^{2-}} \times 0.8333}{\frac{m}{250} \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中: $c_{\text{SO}_4^{2-}}$ ——样品中硫酸根离子的含量, mg/L;

m ——试样的质量, g;

0.8333—— $\frac{M_{\text{SO}_3}}{M_{\text{SO}_4^{2-}}}$ 。

10 灼烧失量的测定

10.1 方法提要

岩样在高温下灼烧, 碳酸盐岩中的结晶水、二氧化碳、有机物及少量的氟、氯、硫和部分钾与钠以气态形式溢出。

10.2 分析步骤

称取 1g 试样, 精确至 0.0001g, 置于已恒量的坩埚中, 将坩埚放入高温炉内, 升温至 1000℃, 恒温 30min, 停止加热; 待炉温降至 400℃时, 取出坩埚并放入干燥器内, 坩埚冷至室温后称量, 再灼烧直至两次称量之差小于 0.0004g。

10.3 计算

灼烧失量质量分数的计算见式 (9):

$$\omega_{\text{灼烧失量}} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中字母含义同前。

11 质量要求

被测各矿物的质量分数总值应在 97.50%~100.50% 范围内。化学法和离子色谱法分析中平行样品测定结果应分别满足表 1 及表 2 的质量要求。

表 1 平行样品化学法测定结果的质量要求

项 目	含量范围 %	相对偏差 %
酸不溶物	0.0~2.0	30.0
	>2.0~10.0	10.0
	>10.0~20.0	8.0
氧化钙	20.0~35.0	6.0
	>35.0~50.0	4.0
	>50.0~55.0	3.0
氧化镁	0.0~1.5	40.0
	>1.5~10.0	15.0
	>10.0~20.0	10.0
三氧化硫	0.0~5.0	8.0
	>5.0~10.0	6.0
	>10.0~20.0	4.0
三氧化二铁与 三氧化二铝 的合量	0.0~1.0	20.0
	>1.0~3.0	10.0
	>3.0~6.0	5.0

表 2 平行样品离子色谱法测定结果的质量要求

项 目	含量范围 mg/L	相对偏差 %
钙离子	10~50	10.0
	>50~200	8.0
	>200~500	6.0
	>500~800	5.0
镁离子	5~20	10.0
	>20~100	8.0
	>100~300	6.0
硫酸根离子	10~50	7.0
	>50~100	5.0
	>100~500	3.0

12 数据处理

12.1 碳酸盐岩中无硫酸盐时, 方解石、白云石、菱镁矿菱镁矿中的白云石质量分数 ($\omega_{\text{方}}$, $\omega_{\text{白}}$, $\omega_{\text{菱}}$, $\omega_{\text{菱白}}$) 的计算方法见式 (10) ~ 式 (13):

$$\omega_{\text{方}} = 1.785 \times \omega_{\text{CaO}} - 2.483 \times \omega_{\text{MgO}} \quad \dots\dots\dots (10)$$

$$\omega_{\text{白}} = 4.575 \times \omega_{\text{MgO}} \quad \dots\dots\dots (11)$$

$$\omega_{\text{菱}} = 2.092 \times \omega_{\text{MgO}} - 1.504 \times \omega_{\text{CaO}} \quad \dots\dots\dots (12)$$

$$\omega_{\text{菱白}} = 3.288 \times \omega_{\text{CaO}} \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中: 1.785 —— $\frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_{\text{CaO}}}$;

2.483 —— $\frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_{\text{MgO}}}$;

4.575 —— $\frac{M_{\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2}}{M_{\text{MgO}}}$;

2.092 —— $\frac{M_{\text{MgCO}_3}}{M_{\text{MgO}}}$;

1.504 —— $\frac{M_{\text{MgCO}_3}}{M_{\text{CaO}}}$;

3.288 —— $\frac{M_{\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2}}{M_{\text{CaO}}}$ 。

12.2 碳酸盐岩中有硫酸盐时, 方解石、白云石、石膏、菱镁矿菱镁矿中的白云石质量分数 ($\omega_{\text{方}}$, $\omega_{\text{白}}$, $\omega_{\text{石}}$, $\omega_{\text{菱}}$, $\omega_{\text{菱白}}$) 计算方法见式 (14) ~ 式 (18):

$$\omega_{\text{方}} = 1.785 \omega_{\text{CaO}} - 1.250 \omega_{\text{SO}_3} - 2.483 \omega_{\text{MgO}} \quad \dots\dots\dots (14)$$

$$\omega_{\text{白}} = 4.575 \omega_{\text{MgO}} \quad \dots\dots\dots (15)$$

$$\omega_{\text{石}} = 1.700 \omega_{\text{SO}_3} \quad \dots\dots\dots (16)$$

$$\omega_{\text{菱}} = 2.092 \times (\omega_{\text{MgO}} - 0.719 \times \omega_{\text{CaO}} - 0.700 \times \omega_{\text{SO}_3}) \quad \dots\dots\dots (17)$$

$$\omega_{\text{菱白}} = 3.288 \times (\omega_{\text{CaO}} - 0.700 \times \omega_{\text{SO}_3}) \quad \dots\dots\dots (18)$$

式中: $\omega_{\text{石}}$ ——石膏的质量分数;

1.785 —— $\frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_{\text{CaO}}}$;

1.250 —— $\frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_{\text{SO}_3}}$;

2.483 —— $\frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_{\text{MgO}}}$;

4.575 —— $\frac{M_{\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2}}{M_{\text{MgO}}}$;

1.700 —— $\frac{M_{\text{CaSO}_4}}{M_{\text{SO}_3}}$;

$$2.092 \text{---} \frac{M_{\text{MgCO}_3}}{M_{\text{MgO}}};$$

$$0.719 \text{---} \frac{M_{\text{MgO}}}{M_{\text{CaO}}};$$

$$0.700 \text{---} \frac{M_{\text{CaO}}}{M_{\text{SO}_3}};$$

$$3.288 \text{---} \frac{M_{\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2}}{M_{\text{CaO}}}。$$

附录 A
(标准的附录)
溶液的配制和标定

A1 0.0125mol/L EDTA 标准滴定溶液**A1.1 配制**

称取乙二胺四乙酸二钠 ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) 4.65g, 精确至 0.01g。然后将其溶于 1L 水中, 摇匀, 待标定。

A1.2 标定步骤

A1.2.1 称取经 800℃ 灼烧至恒量的氧化锌 0.3g, 精确至 0.0002g; 将氧化锌放入烧杯中, 用少许水润湿, 滴加盐酸溶液 [见 3.2b)], 并在电炉上加热该溶液至微沸, 使氧化锌完全溶解; 将烧杯中的溶液移入 250mL 容量瓶中, 定容、摇匀。

A1.2.2 用大肚移液管取 25mL 上述溶液于烧杯中, 加 70mL 水, 滴加 2~3 滴甲基红指示剂, 用氨水中和至 pH 值为 7~8, 加 10mL 氨水—氯化铵缓冲溶液, 再滴加 3~4 滴铬黑 T 指示剂; 在不断搅拌的条件下, 用待定的 EDTA 溶液滴定至纯蓝色时为滴定终点。按以上步骤做空白试验。

A1.3 计算

EDTA 标准滴定溶液的浓度计算见式 (A1):

$$c_{EDTA} (\text{mol/L}) = \frac{m_{\text{氧}} \times \frac{25}{250}}{(V_{EDTA} - V'_{EDTA}) \times 0.08138} \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: $m_{\text{氧}}$ ——氧化锌的质量, g;

V_{EDTA} ——待标定的 EDTA 标准滴定溶液的消耗量, mL;

V'_{EDTA} ——空白试验时, 待标定的 EDTA 标准滴定溶液的消耗量, mL;

0.08138——与 1.00mL EDTA 标准滴定溶液 ($c_{EDTA} = 1.0000\text{mol/L}$) 完全反应所需要的氧化锌的质量, g。

附录 B

(提示的附录)

用不确定度表述的平行样品分析结果的质量要求

被测各矿物的质量分数总值应在 97.50%~100.50% 范围内。化学法和离子色谱法分析中平行样品测定结果应分别满足表 B1 及表 B2 的质量要求。

表 B1 平行样品化学法测定结果的质量要求

项 目	扩展不确定度 %
酸不溶物	$0.041 \times \omega_{\text{酸不溶物}} + 0.32$
氧化钙	$0.041 \times \omega_{\text{CaO}} + 0.57$
氧化镁	$0.081 \times \omega_{\text{MgO}} + 0.69$
三氧化硫	$0.041 \times \omega_{\text{SO}_3} + 0.55$
三氧化二铁与 三氧化二铝的合量	$0.041 \times \omega_{\text{R}_2\text{O}_3} + 1.6$

表 B2 平行样品离子色谱法测定结果的质量要求

项 目	扩展不确定度 %
氧化钙	$0.061 \times \omega_{\text{CaO}}$
氧化镁	$0.061 \times \omega_{\text{MgO}}$
三氧化硫	$0.061 \times \omega_{\text{SO}_3}$