

晶种沉淀法在硫酸钡重量法中的应用

吴俊方 顾洪语 王遵尧

(盐城工学院化学工程及食品工程系,盐城,224003)

摘 要 提出了一种改进硫酸钡重量法的方法,即在待测液中先加入小于要沉淀的 BaSO_4 的量的 0.1% 的 BaSO_4 沉淀作为晶种,再加入沉淀剂,使生成的沉淀的粒度增大,采用 TZC-2 型自动记录粒度仪测定结果表明,沉淀颗粒的平均直径是传统方法的四倍左右,可用中速滤纸过滤,省略了陈化过程。作为晶种的 BaSO_4 沉淀久置后效果下降,宜现配现用。

关键词 硫酸钡重量法 晶种 沉降曲线 粒度

分类号 O65

硫酸钡重量法用于测定硫酸盐或钡盐含量时,准确度高、重现性好,应用广,但是,在测定过程中要将沉淀溶液放置过夜或保温陈化数小时(GB6009-85),并要用慢速滤纸过滤,以防跑滤,测定周期长。笔者采用先在待测液中加入少量晶种后,再加入沉淀剂的方法,使 BaSO_4 沉淀的颗粒增大,不需陈化,用中速滤纸过滤,使测定的周期缩短。采用 TZC-2 型自动记录粒度测定仪测定沉淀的粒度发现,此法得到的 BaSO_4 沉淀的平均直径是传统方法的四倍左右。

1 实验方法和仪器

1.1 晶种的配制

在 0.050mol/L $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 溶液中等量加入 0.050mol/L BaCl_2 溶液,搅匀备用。

1.2 沉淀条件

在 100mL 0.03mol/L Na_2SO_4 溶液中加入 3mL 2mol/L HCl 溶液后煮沸,加入晶种混合液 0.1mL (2 滴),引入的 BaSO_4 的量小于要沉淀的 BaSO_4 的量的 0.1%,在不断搅拌下滴加 10mL 10% BaCl_2 溶液,加毕静置,自然冷却后用慢速滤纸倾泻法过滤洗涤沉淀。烘干后用于测定粒度和沉降曲线。

进行对照试验的 BaSO_4 沉淀按照 BG6009-85,即不加晶种,加入沉淀剂后保温陈化 2h,用慢速滤纸过滤。

1.3 沉降曲线的测定

采用 TZC-2 型自动记录仪测定沉降曲线。称取 5.000g BaSO_4 粉末置于玻璃沉降筒内,加入 500mL 悬浮液(5%明胶溶液 3mL 用水稀释至 500mL)。开动电动搅拌器,搅拌 1h,把称盘上下反复搅拌 100 次。然后连筒带盘放入天平沉降筒的底盘上,将称盘挂在自动记录粒度测定仪的天平前吊耳上,立即用砝码校正平衡位置。开启天平,打开工作开关,记录纸速取 180mm/h,天平经短暂平衡之后即可进入正常工作状态,约 1h 左右记录纸上曲线与时间坐标

趋于平行,可得一完整的沉降曲线。

1.4 平均粒度的计算

根据所需的颗粒直径,求出沉降时间,从而可在沉降曲线上查出其沉降量,再由沉降量和样品的总加入量相比得出沉降量占总沉降量的百分数,求出其平均颗粒直径^[2]。

2 结果与讨论

2.1 沉淀外观的改善

采用本方法沉淀后的溶液经自然冷却沉降后,上层溶液清彻透明,无悬浮的沉淀, BaSO_4 沉淀的沉降很快,容易洗涤过滤,改用中速滤纸过滤没有跑滤现象。传统方法的沉淀经保温陈化后,上层溶液仍有混浊,用中速滤纸过滤有跑滤现象。

2.2 平均粒度和沉降分布图的变化

采用本方法和传统方法得到的两种沉淀分布情况见表 1,从表中可见,本方法得到的沉淀直径在小于 $1\mu\text{m}$ 区间的小颗粒的含量为 13.00%,明显低于传统方法的 65.22%;而直径大于 $2\mu\text{m}$ 沉淀的含量都高于传统方法,而且,本方法得到的沉淀的沉降分布曲线比较平坦,说明其粒度较均匀。从平均颗粒直径来看,本方法得到的沉淀的平均颗粒直径约 $8.66\mu\text{m}$,传统方法约为 $2.30\mu\text{m}$,前者是后者的四倍,也说明本方法得到的沉淀的颗粒较大。

表 1 本方法(A)和传统方法(B)沉淀在不同直径区间的分布情况

直径区间(μm)	>25	25~20	20~15	15~10	10~5	5~3	3~2	2~1	<1
占总量百分数(A)	28.12	1.54	3.07	4.18	9.23	10.34	13.18	17.34	13.00
占总量百分数(B)	16.96	0.87	1.09	1.52	1.74	3.04	4.35	5.21	65.22

2.3 晶种存放时间对沉淀效果的影响

将晶种存放不同的时间后用于沉淀,测定沉淀的沉降曲线,再求得 $0\sim 6\mu\text{m}$ 的沉降分布图(直径区间都取 $1\mu\text{m}$),连接每个直径区间矩形的中点得沉降分布曲线(图 1),从图中可见,晶种存放时间太长后,小颗粒的数量增加,比如,使用放置 4h 的晶种进行沉淀,用中速滤纸过滤有跑滤现象,其沉降分布曲线形状与不加晶种的沉淀的沉降分布曲线的形状相似。由此可见,晶种不宜久置,应现配现用。

2.4 对比试验

我院工业分析 95 级 30 名同学做 BaSO_4 重量法测定氯化钡的含量时,将学号为单号的同学采用本方法进行实验,将学号为双号的同学按传统方法进行实验,实验结果表明,采用本方法比传统方法缩短了陈化时间,沉淀的洗涤 5~7 次后无氯离子,比传统方法少 2~3 次,沉淀的过滤速度快,滤液透明,明显优于传统方法。

参考文献

- 1 北京大学化学系物理化学教研室. 物理化学实验(第 2 版). 北京:北京大学出版社,1985
- 2 武汉大学主编. 分析化学实验(第 3 版). 北京:高等教育出版社,1994

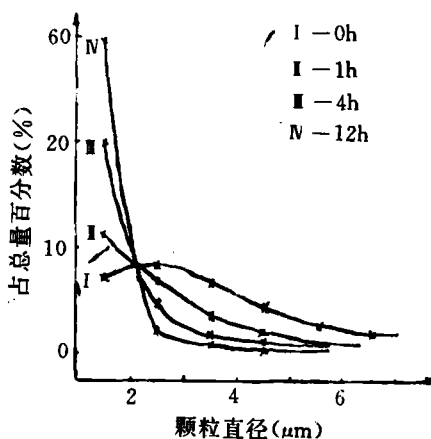


图 1 晶种存放不同时间后沉淀的分布曲线