

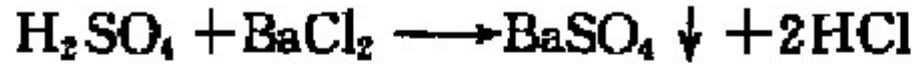
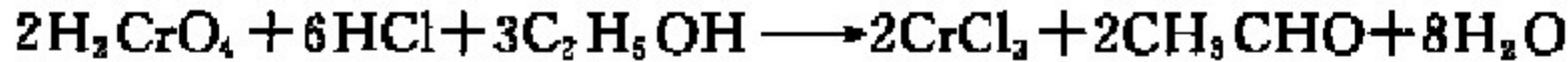
### **三、硫酸的测定**

#### **(一) 方法一 (硫酸钡重量法)**

##### **1. 方法摘要**

**硫酸根和氯化钡生成不溶于水的硫酸钡沉淀，可定量地测定硫酸根。但铬酸根也和钡生成不溶于水的铬酸钡沉淀干扰测定。本法用乙醇先将铬酸根还原成三价铬，然后加入氯化钡，使硫酸根沉**

淀，再用重量法测定。



## 2. 试剂

(1) 10%氯化钡溶液。

(2) 乙醇混合液 以一体积乙醇、一体积浓盐酸（相对密度1.19）和一体积冰乙酸混合。

## 3. 分析方法

用移液管吸镀膜液 10mL 于 400mL 烧杯中，加水 100mL（如有沉淀应过滤），加乙醇混合液 30mL，煮沸 10min，趁热缓慢加入氯化钡溶液 10mL，并不断搅拌，煮沸 1min，置于温暖处 1h，用紧密无灰滤纸过滤，用热水洗涤沉淀数次（洗至洗水无绿色），将滤纸及沉淀移置已恒重的磁坩埚中，干燥、灰化、灼烧，在干燥器内

冷却，称量至恒重为止。称得硫酸钡质量。

#### 4. 计算

$$\text{含硫酸 } \rho_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{m \times 0.420 \times 1000}{10} \quad (\text{g/L})$$

式中  $m$ ——硫酸钡质量 (g)；

$$0.420 = \frac{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{M_{\text{BaSO}_4}}$$

#### 5. 附注

(1) 灼烧硫酸钡沉淀宜在 800~900℃ 进行。温度太高将使硫酸钡分解。

(2) 加氯化钡后，如沉淀带有黄色，系  $\text{Cr}^{6+}$  浓度太高，未还原完全，而生成铬酸钡沉淀。此时应另行重作，减少取样，或酌量多加些乙醇混合液，使  $\text{Cr}^{6+}$  还原完全。此规程适用于一般含量的铬酐。

## (二) 方法二 (硫酸钡沉淀——EDTA 容量法之一)

### 1. 方法摘要

同前法，生成硫酸钡后，使溶解于碱性的 EDTA 溶液中，过

7

量的 EDTA 以锌标准溶液回滴，以铬黑 T 指示终点。



根据 EDTA 和锌溶液的用量即可计算出硫酸的含量。

### 2. 试剂

(1) 10%氯化钡溶液。

(2) 乙醇混合液 以一体积乙醇、一体积盐酸（相对密度 1.19 和一体积冰醋酸混合而成。

(3) 缓冲溶液 (pH=10) 见试剂 (124)。

(4) 铬黑 T 指示剂 见试剂 (112)。

(5) 0.05mol/L EDTA 标准溶液 见试剂 (14)。

(6) 0.05mol/L 锌标准溶液 在分析天平上称取纯锌 3.269g，以 1+1 盐酸 40mL 溶解，在 1L 容量瓶中稀释至刻度。浓度为

$V_2$ ——耗用锌标准溶液体积 (mL)；

$V_{\text{试}}$ ——所取镀液体积 (mL)。

### 5. 附注

如含  $\text{SO}_4^{2-}$  高，取样要少些，否则  $\text{BaSO}_4$  很难溶。

$$(2) \text{ 含硫酸根 } \rho_{\text{SO}_4^{2-}} = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) \times 96}{V_{\text{试}}} \quad (\text{g/L})$$

式中  $c_1$ ——EDTA 标准溶液浓度；

$V_1$ ——耗用 EDTA 标准溶液体积 (mL)；

$c_2$ ——锌标准溶液浓度；

0.05mol/L，不需标定。

### 3. 分析方法

用移液管吸镀液 2~10mL 于 400mL 烧杯中，加水 100mL、乙醇混合液 30mL，煮沸 10min，趁热在不断搅拌下，缓缓加入氯化钡 10mL，煮沸 1min，置于温缓处 1h。用紧密滤纸过滤，以热水洗涤沉淀数次，洗至洗水无绿色。将沉淀及滤纸投入原烧杯中，加水 100mL、氨水 10mL，用移液管加入 0.05mol/L EDTA 25mL，加热至 60~70℃，搅拌使沉淀完全溶解。冷却后，加缓冲溶液 5mL 及铬黑 T 少许，以 0.05mol/L 锌溶液滴定到由蓝色变红色为终点。

### 4. 计算

$$(1) \text{ 含硫酸 } \rho_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) \times 98}{V_{\text{H}}} \quad (\text{g/L})$$