

沉淀 BaSO_4 时 Fe^{+++} 影响的消除

中心实验室 李鸿生

一、实验目的

沉淀 BaSO_4 时, Fe^{+++} 的影响一般都用还原剂还原成亚铁而消除掉。但资料中介绍的多用 Zn 粒还原, 沉淀时酸度也较高, 对大批生产不很方便。本实验的目的是要找出合适的还原剂或掩蔽剂、沉淀条件及回收情况, 借以简化重量法测定硫酸盐硫的操作步骤。

二、试剂

抗坏血酸(二级), 盐酸羟胺(三级), 铝片(三级), 锌粒(二级), 铁丝(基准试剂), EDTA 二钠盐(二级), 酒石酸(三级), 甲基橙指示剂, 盐酸(1:1), 氯化钡(10%), 无水硫酸钠(二级)。醋酸钠(3N)。

三、标准溶液的制备

铁标准液: 称取 2.5000 克铁丝溶于 1:1 HCl 中, 滴加 H_2O_2 使铁氧化, 准确兑至 250 毫升, 摇匀。此溶液 1 毫升含铁 10 毫克。

EDTA 二钠盐: 0.1M。称取 37.21 克 EDTA 二钠盐溶于少量水中, 准确兑至 1000 毫升, 摇匀。

硫标准液, 称取 0.8839 克无水硫酸钠, 用少量水溶解后, 准确兑至 2000 毫升, 摇匀。此溶液 1 毫升含硫 0.1 毫克。

四、实验步骤

吸取 20 毫升硫标准液(相当于硫酸盐硫含量为 0.2% 之试样 1 克)及 10 毫升铁标准液(相当于高铁含量为 10% 之试样 1 克)于 400 毫升烧杯中。向烧杯中分别加入

1. 抗坏血酸
 2. 盐酸羟胺
- 到黄色褪尽, 并过量少许

3. 铝片 } 加热煮沸到溶液无色, 过滤, 水
4. 锌粒 } 洗。

5. EDTA 二钠盐(试液先加入水杨酸, 再用 3N NaAc 调 pH 到红色褪尽为止, 再过量少许。)

6. 酒石酸 0.5—1 克。

然后加入甲基橙作指示剂, 用 1:1 HCl 或 1% NaOH 中和, 过量 1:1 HCl 3 毫升, 稀释到约 250 毫升(此时溶液之酸度约为 0.05—0.1N)。加热到 60°C 左右, 用 BaCl_2 沉淀硫酸盐, 60°C 下熟化一小时, 放置过夜, 然后按一般手续过滤、灼烧沉淀。

四、数据及现象

见附表 1。

五、结论

1. 关于还原剂及掩蔽剂: 抗坏血酸、盐酸羟胺及 Zn 粒均可使用, 但后者须要过滤, 铝片还原者结果偏高, EDTA 二钠盐效果亦不好, 用酒石酸时结果偏低。由于试验时间紧迫, 条件未掌握得很好, 因此对于铝片 EDTA 等回收较差的试剂, 不能断然下结论, 但至少抗坏血酸及盐酸羟胺是肯定的。

2. 酸度高时, 回收偏低。

3. 有铁存在时回收偏低, 可能是由于生成了 $\text{Fe}(\text{OH})\text{SO}_4 \downarrow$, 灼烧时分解损失掉了。

参考文献

1. Попомарев, А. И. Методы Химического Анализа силика Тных и карбон атных горных пород.
2. 李庆达等编, 土壤分析法
3. Frank J. Welcher "Standard Method of Chemical Analysis" 6th, Ed. Vol. II.

表一

Fe加入量	还原剂,掩蔽剂	酸度	S标准量	还原剂还原情况	沉淀加热温度	还收已换算成硫毫克数	误差	毫克数	平均误差	沉淀灼烧后情况	
1											
2											
3	抗坏血酸	0.05N	2.00mg	加入溶解至无色溶液	50—60°C	1.95	—	0.05	0.04	均为白色, 较好	**
4						2.01	+	0.01			*
5						1.90	+	0.10			*
6						2.02	+	0.02			*
7						1.96	—	0.04			*
8	Al片	0.05N	2.00mg	Al片投入溶液后溶解至溶液无色, Al片过滤取其滤液	同上	2.09	+	0.09	0.07	沉淀较好	*
9						2.02	+	0.02		{ 9,10号样品有一些黑色丝状物	*
10						2.02	+	0.02			*
11						2.11	+	0.11			*
12	EDTA络合剂	0.05N	2.00mg	溶液加热加3N NaAc并调节pH后加水杨酸EDTA滴定至无色稍过量	同上	1.91	—	0.09	0.10	沉淀是白色但有黑色状物	*
13						2.10	+	0.10			*
14						0.203	+	0.03	0.10		*
15						0.216	+	0.16			*
16	Zn粒	0.05N	2.00mg	同Al片操作	同上	2.02	+	0.02	0.02	沉淀白色, 甚好	
17						2.01	+	0.01			
18						2.03	+	0.03			
19						2.01	+	0.01			
20	HCl·NH ₂ OH	0.05N	2.00mg	加抗坏血酸	同上	1.99	—	0.01	0.05	沉淀白色较好	*
21						1.99	—	0.01			*
22						2.02	+	0.02		有一点红色	*
23	酒石酸	0.05N 0.10N	2.00mg	加入约0.5—1g	同上	2.16	+	0.16		沉淀褐灰色	
24						1.84	—	0.16			
25	抗坏血酸	0.5N 1.0N	2.00mg	同1—4	同上	1.66	—	0.34		褐 较少 沉淀 洗色 较多	
26						1.54	—	0.46			
27						1.85	—	0.15		微带灰色并有白色	*
28						2.05	+	0.05			
29						2.02	+	0.02	0.03	白色极好, 粒状	*
30						1.99	—	0.01			*
31						2.03	+	0.03			*
32						空白	—	—	—	—	*
33											

备注: 以上结果已减去空白