

F-HZ-DZ-LSYS-0027

天然卤水及盐水—硫酸根的测定—质量法

1 范围

本方法适用于天然卤水及盐水中硫酸根的测定。

测定范围：20-200mg/L。最低检测量为 5mg 硫酸根。测定上限为 5000mg/L 硫酸根。

2 原理

在酸性溶液中氯化钡与硫酸根离子定量地产生硫酸钡沉淀。经过滤洗涤，灼烧称量后，求出硫酸根离子的含量。

注：在酸性介质中进行沉淀可以防止碳酸钡和磷酸钡沉淀，但是酸度高会使BaSO₄沉淀的溶解度增大。

本法宜取含 0.01-0.02g 硫酸根水样的测定，若含量过低或过高，易产生沉淀颗粒过细或呈胶状影响测定。另外磷酸盐和聚磷酸盐会产生相宜的钡盐沉淀，干扰本法。有文献指出：本方法适用于聚磷酸盐含量小于 10mg/L 的水样中 SO₄²⁻ 的测定。一些重金属如铬、铁的硫酸盐可影响硫酸钡完全沉淀，使结果偏低。

水样中若有悬浮物、二氧化硅、硝酸盐和亚硝酸盐可使结果偏高。碱金属硫酸盐，特别是碱金属硫酸氢盐常使结果偏低。水样中含 CrO₄²⁻、PO₄³⁻ 大于 10mg，NO₃⁻ 1000mg，SiO₂ 2.5mg，Ca²⁺2000mg，Fe³⁺5.0mg以下不干扰测定。

质量法测定硫酸根比较准确，但分析手续繁杂，只适用于测定硫酸盐浓度为 10mg/L 以上的水样。

3 试剂

方法中使用的水为蒸馏水或去离子水。

3.1 盐酸，1+1：将盐酸（ρ 1.19g/mL）与水等体积相混合。

3.2 氯化钡溶液，100g/L：称取 10g氯化钡（BaCl₂·2H₂O）溶于水中，并稀释至 100mL，摇匀。

3.3 硝酸银溶液，17g/L：称取 4.25g硝酸银（AgNO₃），溶于含 0.25mL浓硝酸的水中，并稀至 250mL。

3.4 甲基红指示剂，1g/L：称取 0.1g甲基红（C₁₅H₁₅N₃O₂）溶于 74mL0.05mol/L氢氧化钠溶液中，用水稀释至 100mL。

4 仪器设备

4.1 恒温水浴锅或低温电热板。

4.2 高温炉：0-1000℃，温度可自动控制。

4.3 瓷坩埚：20mL。

5 试样制备

按照卤水及盐水采样规则、从水源处采集有代表性的水样。如果水样中有悬浮物或有混浊现象，需用水下过滤或抽气置换过滤，并将过滤后的水样稀释 10 倍，制备成待测的水样。

6 操作步骤

6.1 吸取稀释 10 倍的水样 10-100mL，置于 400mL 烧杯中，加水至 150mL，加几滴甲基红指示剂，用盐酸（1+1）酸化至红色，再补加 2mL 盐酸（1+1）。将溶液加热至沸，在不断搅拌下慢慢滴加温热的氯化钡溶液，一直滴至溶液上部澄清液不再出现白色浑浊，表明硫酸盐已沉淀完全，继续将 10mL 氯化钡溶液加完为止。然后将带沉淀的烧杯放在 80℃~90℃的水浴中或低温电热板上保温 2h 或放置过夜。

注：慢慢滴加温热的氯化钡溶液，煮沸均为促使沉淀凝聚减少共沉淀的可能性。硫酸钡沉淀陈化过程的目的是①在热溶液中可形成晶状沉淀；②可减少吸附作用使沉淀更为纯净；③在此温度下放置 2h 或过夜，可使结晶变大，易于过滤洗涤。

6.2 取下烧杯，并加入少量无灰滤纸浆，用定量慢速滤纸过滤。用温热水洗涤烧杯和沉淀，并将沉淀全部移至滤纸上，用温热水洗涤沉淀至无氯离子（用硝酸银溶液检查）为止。将沉淀连同滤纸放入已恒量的瓷坩埚中，先在烘箱内烘干，后在电炉上缓缓加热使之炭化，再移至高温炉中，于 850℃灼烧 30min。从炉中取出，稍冷放进干燥器内冷却 20min 后称量，如此反复灼烧、称量直至恒量为止。恒量坩埚所增加的质量，即为硫酸钡的质量（M，mg）。

7 结果计算

按下式（1）计算硫酸根的含量：

$$SO_4^{2-}(\text{mg/L}) = \frac{M \times 0.4116 \times 1000}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式（1）中：M——硫酸钡沉淀质量，mg；

V——水样体积，mL；

0.4116——BaSO₄换算成 SO₄²⁻的系数。

8 精密度和准确度

样品	水样体积 mL	硫酸盐浓度 mg/L	SI mg/L	VI %	SR mg/L	VR %	备注
1	200	50	3.3	/	/	/	1 个实验室 9 个自由度
2	20	210	3.3	1.6	6.9	3.3	10 个实验室 37 个自由度
3	20	583	8.4	1.4	6.9	3.3	10 个实验室 35 个自由度
4	20	1160	9.3	0.8	11.6	1.0	9 个实验室 32 个自由度

注：SI——再现性标准偏差。 VI——再现性变异系数。

SR——重复性标准偏差。 VR——重复性变异系数。

9 参考文献

- [1] 岩石矿物分析编写小组. 岩石矿物分析[M]. 第一分册（第三版）. 北京：地质出版社，1991，1025.
- [2] 国家技术监督局. 水质分析方法（国家）标准汇编（第一分册）. GB5750-85，1986-10-01 实施，51-52.
- [3] 国家技术监督局. 水质分析方法（国家）标准汇编（第一分册）. GB6911.1-86，1987-09-01 实施，201.
- [4] 国家技术监督局. 水质分析方法（国家）标准汇编（第二分册）. GB11899-89，1990-07-01 实施，142-144.