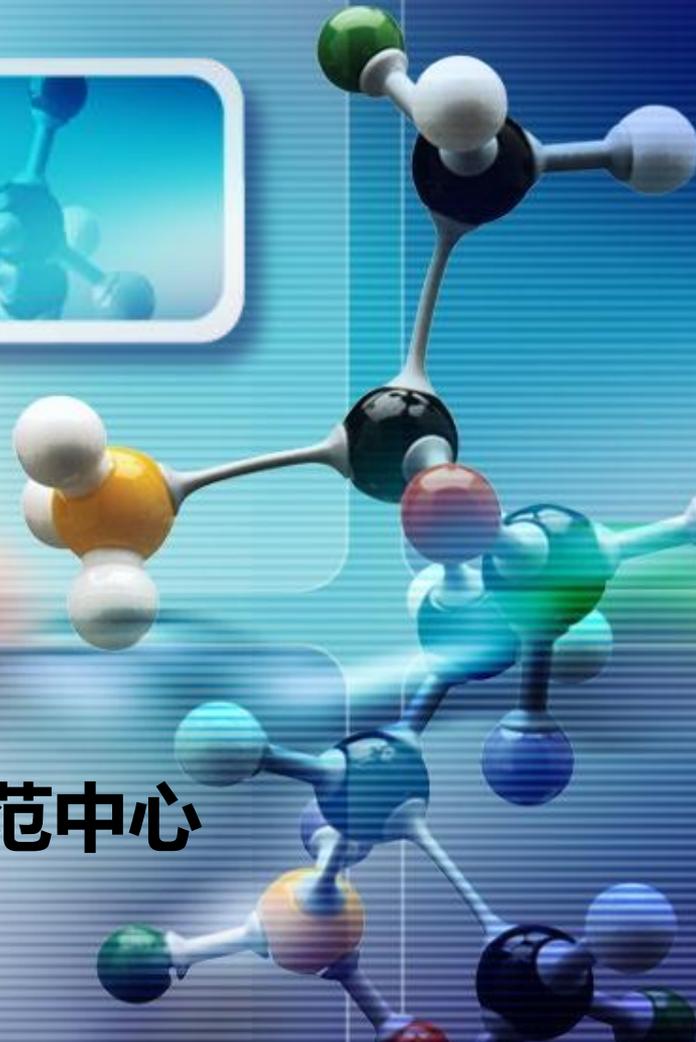


基础化学实验



山东省省级实验教学示范中心





基础化学实验——

氯化钡中钡含量的测定

一、实验目的

了解沉淀质量法测定 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的原理和方法。

1

2

掌握晶形沉淀的制备、过滤、洗涤、灼烧及恒重等的基本操作技术。

了解晶形沉淀条件和沉淀方法。

3



二、实验原理

01

重量分析法

重量分析法是利用沉淀反应，将试液中的被测组分生成沉淀，然后转化为**一定的称量形式**，由称量形式的质量测定组分的含量。

该方法**准确度高**，尽管耗时较长，但在一些**常量的S、Si、P、Ni和Ba**等分析中经常使用。



二、实验原理

02

BaSO₄法测定Ba²⁺

Ba²⁺可生成一系列微溶化合物，如BaCO₃、BaC₂O₄、BaCrO₄、BaHPO₄、BaSO₄等，其中以BaSO₄溶解度最小（25°C时100毫升溶液中仅溶解0.25 mg），BaSO₄性质也非常稳定，组成与化学式相符合，因此常以BaSO₄法测定Ba²⁺。



二、实验原理

02

BaSO₄法测定Ba²⁺

含 Ba²⁺ 的试液经 HCl 酸化后，加热至微沸，在**不断搅动下**，慢慢加入稀、热的 H₂SO₄，Ba²⁺ 与之反应，形成**晶形沉淀**。沉淀经**陈化**、过滤、洗涤、烘干、炭化、灰化、灼烧后，以 BaSO₄ 形式称量，可求出 BaCl₂·2H₂O 中 Ba 的含量。



二、实验原理

02

BaSO₄法测定Ba²⁺

① 酸性条件下

② H₂SO₄必须过量

③ 提高酸度

④ 得到大颗粒BaSO₄沉淀

⑤ 控制沉淀条件，
减少共沉淀

二、实验原理

03

沉淀条件

$$\mu_{\text{聚集}} = R \frac{Q-S}{S}$$

S——沉淀的溶解度

Q-S——沉淀物质的过饱和度

(Q-S)/S——相对饱和度

R——比例常数，与沉淀的性质、温度、溶液中存在的其它物质有关。

由上式可以看出，聚集速率的大小由相对过饱和度决定，而相对过饱和度可通过**控制沉淀条件**来实现，即聚集速率由沉淀条件决定。

二、实验原理

03

沉淀条件

0.05mol·L⁻¹HCl介质中

- ◆目的：增加物质的过饱和度
- ◆如果在碱性条件下，易发生其它物质的沉淀。

①

沉淀剂H₂SO₄
过量50-100%

- ◆目的：使BaSO₄沉淀完全，H₂SO₄室温下可挥发除去。

晶形沉淀的形成条件：

稀、热、慢、搅、陈

②

③

二、实验原理

03

沉淀条件

稀

沉淀反应需要在适当稀的溶液中进行，可以降低相对过饱和度。

热

沉淀在热溶液中进行，增大溶解度，降低相对过饱和度。

慢

Q 小，局部过饱和度大，防止晶核的快速形成，有利于晶体定向成长。

搅

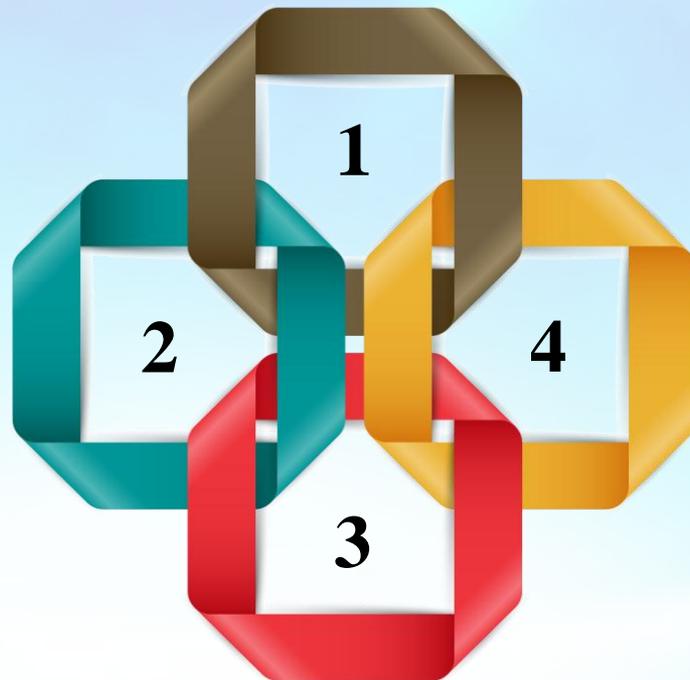
加入沉淀剂应不断搅拌，防止局部过饱和度大而形成较多的晶核。搅拌一定时间使小晶体溶解，大晶体长大。

陈

得到粗大晶体，时沉淀纯化，纯度提高，使沉淀小晶体溶解，大晶体长大。

三、实验步骤

空坩埚的恒重



称样及沉淀的制备

沉淀的洗涤和过滤

沉淀的转化



三、实验步骤



空坩埚的恒重

洗净两只空坩埚，放入800℃高温炉灼烧，第一次灼烧约30 min，取出稍冷片刻，放入干燥器中冷却至室温（约10~20 min），称重。第二次灼烧15~20 min，冷至室温再称重，如此操作直到两次称量不超过0.2mg，即已恒重。



三、实验步骤



称样及沉淀的制备

(1)准确称取 $0.4\sim 0.6\text{ g BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 试样2份，分别置于250 mL烧杯中，各加去离子水约70 mL，加入2~3 mL 2.0 mol L^{-1} 盐酸，盖上表面皿，加热溶解、近沸（勿使溶液沸腾，以防溅失）。

(2)再取4 mL $1\text{ mol L}^{-1}\text{ H}_2\text{SO}_4$ 2份，分别置于2只100 mL小烧杯中，各加去离子水稀释至30 mL，加热近沸。

三、实验步骤



称样及沉淀的制备

(3)然后将2份热的 H_2SO_4 溶液用滴管**逐滴**分别滴入2份**热**的钡盐溶液中，并**不断搅拌**，沉淀完毕后，静置片刻。

(4)待溶液澄清后，于上层清液中加入1~2滴稀 H_2SO_4 ，以检查其沉淀是否完全。直至沉淀完全为止。盖上表面皿，将玻璃棒靠在烧杯嘴边（**勿将玻璃棒拿出杯外**）。

三、实验步骤



沉淀的转化

90 ℃热水浴加热，陈化0.5~1 h，并不断搅拌（也可在室温下放置过夜作为陈化）。



沉淀的洗涤和过滤

将盛有沉淀的滤纸折成小包，放入已恒重的坩埚中，在电炉上烘干和炭化后，继续在800~850 ℃高温中灼烧1 h，取出置于干燥器内冷却至室温，称量。然后再灼烧15~20 min，冷却，称量，如此操作直至恒重。

四、数据处理

$$M_{Ba} = 137.7$$

$$M_{BaSO_4} = 233.4$$



$$w_{Ba} = \frac{\frac{M_{Ba}}{M_{BaSO_4}} \times W_{BaSO_4}}{m_{BaCl_2 \cdot H_2O}} \times 100\%$$



谢谢大家！