

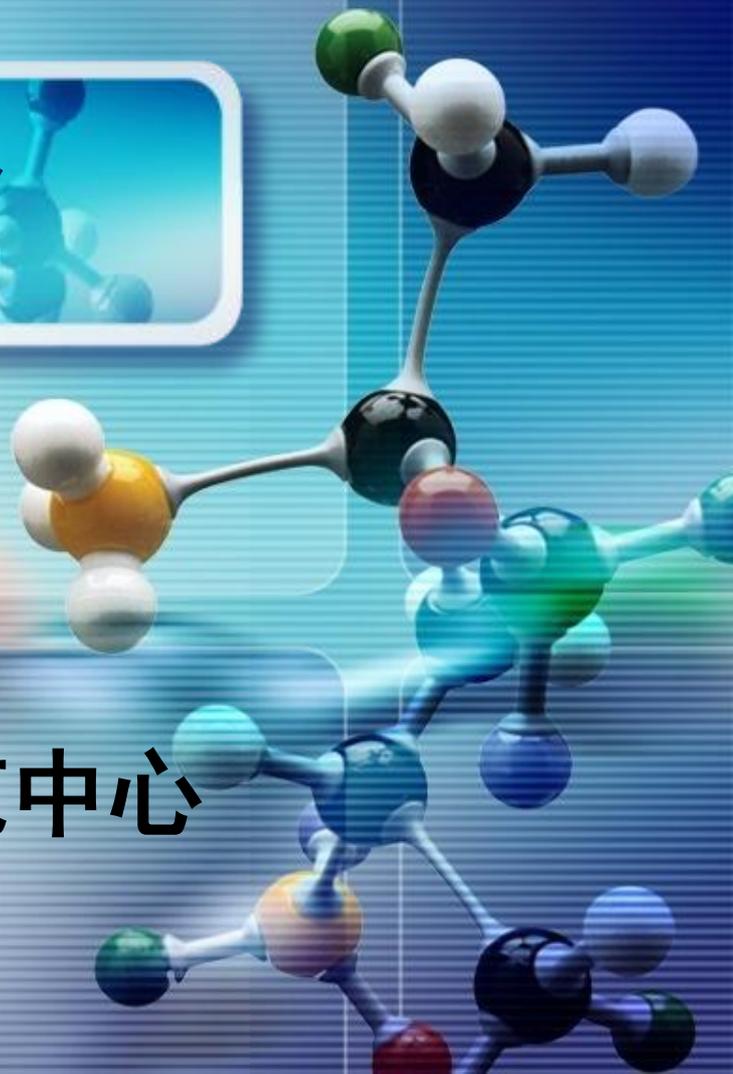


青岛科技大学
Qingdao University of Science & Technology

基础化学实验

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心





分析化学实验

$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的测定——重量法

一、实验目的

了解晶形沉淀的性质、沉淀条件和沉淀方法。

1

2

掌握晶形沉淀的制备、过滤、洗涤、灼烧及恒重等基本操作技术。

用重量因数（或换算因数）计算钡的含量。

3



二、实验原理

01

重量分析法

□ **重量分析法**是用适当的方法将待测组分与其它组分分离，然后根据**称得的质量**来计算试样中待测组分含量的一种分析方法。

□ 重量分析中的全部数据都由**分析天平称量**得来，且不需要基准物，因此该方法**准确度高**，相对误差一般不超过0.1%。



二、实验原理

01

重量分析法

□ 耗时较长，操作繁琐，所以**不适于**生产中的控制分析，对低含量组分的测定误差较大。

□ 主要用于一些**常量**的S、Si、P和第六周期部分过渡元素（如钼）的精确分析。



二、实验原理

01

重量分析法

□ 根据分离方法的不同

沉淀法是利用**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。



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⁺

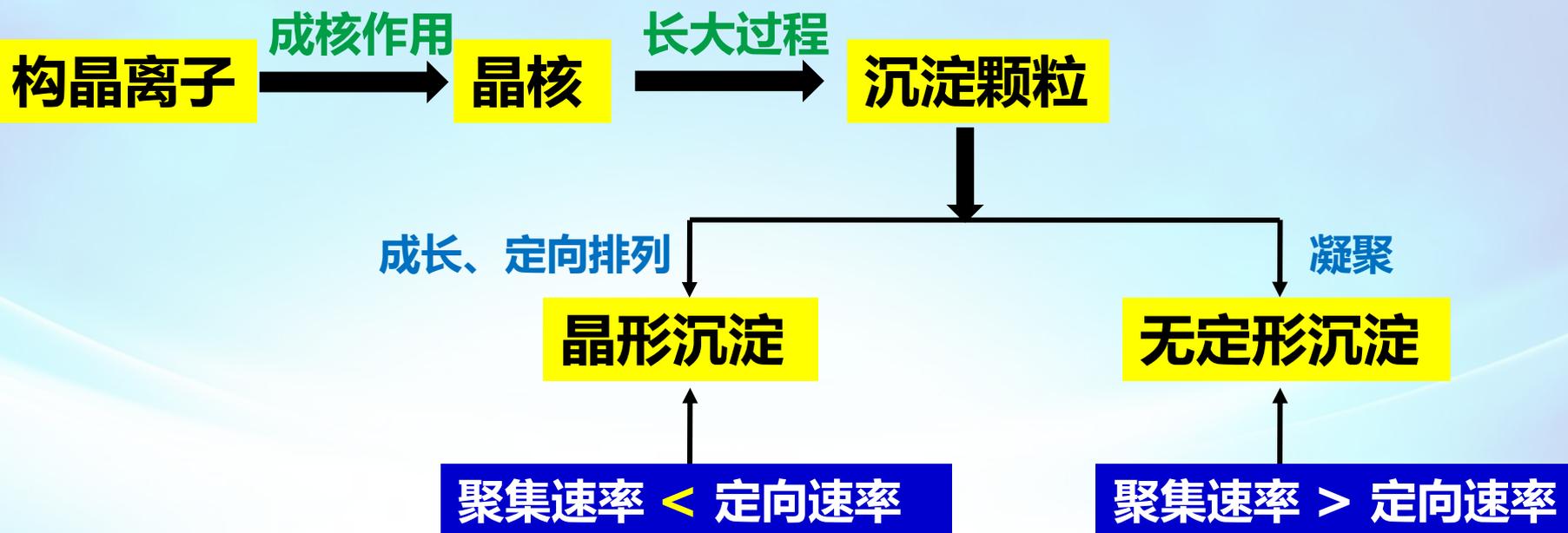
含 Ba²⁺ 的试液经 HCl 酸化后，加热至微沸，在**不断搅拌下**，缓慢加入稀、热的 H₂SO₄，Ba²⁺ 与之反应，形成**晶形沉淀**。沉淀经**陈化**、过滤、洗涤、烘干、炭化、灰化、灼烧后，以 BaSO₄ 形式称量，可求出 BaCl₂·2H₂O 中 Ba 的含量。



二、实验原理

03

沉淀的形成



聚集速率 ($u_{\text{聚集}}$) : 由离子形成晶核, 再进一步聚集成沉淀微粒的速率。

定向速率 ($u_{\text{定向}}$) : 在聚集的同时, 构晶离子在一定晶格中定向排列的速率。

二、实验原理

04

沉淀条件

■ 定向速率主要取决于沉淀物质的本性。

$$u_{\text{聚集}} = k \frac{Q-s}{s}$$

Q —— 加入沉淀剂瞬间，生成沉淀物质的浓度；

s —— 沉淀的溶解度；

$Q-s$ —— 沉淀物质的过饱和度；

$(Q-s)/s$ —— 相对过饱和度；

k —— 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

04

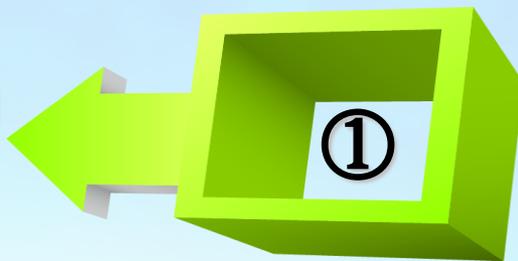
沉淀条件

0.05 mol·L⁻¹HCl介质中

◆作用：防止产生BaCO₃等共沉淀；增加硫酸钡的溶解度，降低其相对过饱和度， $u_{\text{聚集}}$ 降低，有利于晶形沉淀的形成。

晶形沉淀的形成条件：

稀、热、慢、搅、陈



沉淀剂 H₂SO₄
过量 50-100%

◆目的：使BaSO₄沉淀完全，H₂SO₄高温下可挥发除去。

二、实验原理

04

沉淀条件

稀

沉淀反应需要在适当的溶液中进行，可以降低 Q ，从而相对饱和度降低。

热

沉淀反应在热溶液中进行，增大了沉淀的溶解度，降低相对过饱和度；减少杂质的吸附量。

慢

Q 小，局部过饱和度小，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。

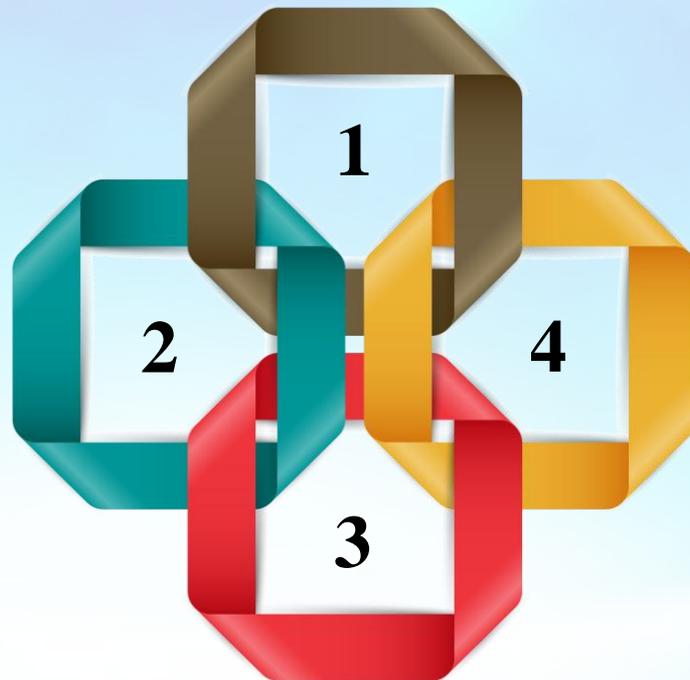
陈

使沉淀小晶体溶解，大晶体长大。纯度提高，得到粗大晶体，易于过滤和洗涤。

三、实验步骤

空坩埚的恒重

沉淀的生成



沉淀的灼烧和恒重

沉淀的过滤、洗涤



三、实验步骤



空坩埚的恒重

洗净2只空坩埚，放入800~850℃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，如此操作直到每只坩埚两次称量质量之差不超过0.2mg，即已恒重。



三、实验步骤



2 沉淀的生成

(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



2 沉淀的生成

(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。如上层清液有混浊出现，必须再加入硫酸溶液，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



沉淀的生成

(5) 90 ℃热水浴加热，并不时搅拌，陈化 0.5~1 h (也可在室温下放置过夜作为陈化)。



沉淀的过滤、洗涤

溶液冷却后，用慢速定量滤纸过滤。倾泻法洗涤沉淀三四次。将沉淀小心转移到滤纸上，并用撕下的小片滤纸擦净杯壁和玻璃棒。转移完全后，再用去离子水洗涤沉淀至无Cl⁻为止。

三、实验步骤



沉淀的灼烧和恒重

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



待测组分的质量 = 称量形式的质量 × 重量因数

$$\text{重量因数} (F) = \frac{\text{待测组分的摩尔质量}}{\text{称量形式的摩尔质量}}$$

$$M_{Ba} = 137.7$$

$$M_{BaSO_4} = 233.4$$

$$F = \frac{M_{Ba}}{M_{BaSO_4}} \quad m_{Ba} = m_{BaSO_4} \times \frac{M_{Ba}}{M_{BaSO_4}}$$

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

五、注意事项

坩埚应恒重。

陈化时玻璃棒**不能**拿出。

过滤时撕下的滤纸**不能**扔掉。



应用慢速（或中速）**定量**滤纸。

过滤采用**倾泻法**，注意水柱的制作。

洗涤条件：**稀H₂SO₄溶液**；热，慢，搅，陈。

六、思考题

为什么要在稀盐酸介质中沉淀 BaSO_4 ? 盐酸加入太多有什么影响?

为什么沉淀 BaSO_4 要在热溶液中进行而在冷却后过滤? 沉淀后为什么要陈化?



谢谢大家！