

HZ-HJ-SZ-0085

水质—钡的测定—电位滴定法

1 范围

本方法规定了测定废水中钡的电位滴定法。

本方法适用于化工、机械制造、颜料等行业工业废水中可溶性钡的测定。

本方法的测量范围为 47.1~1180 μg，最低检出限为 28 μg。

锶离子含量超过钡含量 2 倍，钙离子含量超过钡含量 150 倍时，对测定有干扰，且使终点电位突跃不明显。锂、钾、铵离子含量超过钡含量 50 倍时，产生干扰。

2 原理

聚乙二醇及其衍生物与钡离子形成阳离子，该离子能与四苯硼钠定量反应。以四苯硼酸根离子电极指示终点，用四苯硼钠溶液作滴定剂进行电位测定，到达终点时电位产生突跃。

3 试剂

本方法所用试剂除另有说明外，分析时均使用符合国家标准或行业标准的水或同等纯度的水。

3.1 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)：使用前将硫化钠用水清洗干净，用滤纸吸干，放玻璃瓶内备用。

3.2 聚乙二醇 1000 溶液：10mg/mL。将 10g 聚乙二醇 1000 [$\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$] 溶于 1000mL 水中，存放在聚乙烯瓶中(也可用聚乙二醇 1500)。

3.3 钡标准溶液：0.500mg/mL，将 0.7581g 光谱纯氯化钡(BaCl_2)溶于水中，移入 1000 容量瓶，用水稀至标线，混匀。

3.4 四苯硼钠滴定溶液：0.0100mol/L。

3.4.1 配制

将 3.4224g 四苯硼钠 [$(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{BNa}$] 溶解于水中，移入 1000mL 容量瓶，用水稀至标线，混匀。

3.4.2 标定

取 1mL 钡标准溶液(3.3)于 50mL 烧杯中，加入 20mL 聚乙二醇 1000 溶液(3.2)，放入搅拌子，将烧杯放入磁力搅拌器上，插入四苯硼酸根电极和 217 型双液接参比电极，搅拌下，用四苯硼钠滴定液(3.4)滴定，根据电位突跃判断终点。

四苯硼钠滴定度 T ，[每毫升四苯硼钠相当于钡的质量 (mg)]由式(1)求出：

$$T = \frac{1 \times 0.500}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中： T —四苯硼钠滴定度，每毫升四苯硼钠相当于钡的质量；

V —四苯硼钠滴定量，mL。

3.5 氢氧化钠(NaOH)溶液：10g/L。

3.6 硝酸(HNO_3)溶液： $c(\text{HNO}_3) = 0.16\text{mol/L}$ 。

3.7 硝酸钠(NaNO_3)溶液： $c(\text{NaNO}_3) = 0.1\text{mol/L}$ 。

3.8 碳酸氢钠(NaHCO_3)溶液： $c(\text{NaHCO}_3) = 0.01\text{mol/L}$ 。

3.9 四苯硼酸根离子电极内充液：四苯硼钠滴定溶液(3.4)和碳酸氢钠溶液(3.8)等体积混合。

4 仪器

常用实验室仪器和

4.1 四苯硼酸根离子电极。

4.2 217 型双液接参比电极(外盐桥充硝酸钠溶液(3.7))。

4.3 离子计或电位滴定仪。

4.4 磁力搅拌器。

4.5 滴定管：2mL，分刻度至 0.01mL。

5 采样和样品

本方法测定可溶性钡，水样采集后，立即用 0.45μm 微孔滤膜过滤，然后用氢氧化钠溶液(3.5)或硝酸溶液(3.6)调节 pH 至 6，并将该水样存放于聚乙烯瓶中，室温下保存。

6 操作步骤

6.1 试样体积的选择

视试样中含钡量而定，最低可检出至 28μg。

6.2 空白试验

取试样同样量的水，以与试样测定完全相同的步骤、试剂和用量进行平行操作。

6.3 干扰的排除

一般试样不需预处理，如试样中存在铅离子时，取 100mL 试样入烧杯中，加入少许固体硫化钠(3.1)，数分钟澄清后过滤，弃去最初过滤的 20mL。

6.4 电极的准备

按说明书分别将电极内充液(3.9)、(3.7)加入到四苯硼酸根电极(4.1)和 217 型双液接参比电极(4.2)的套管中，并将电极组装好，浸入盛有去离子水的烧杯中清洗至空白电位。电极的插头与离子计的插孔连接好。

6.5 测定

用移液管吸取一定量的试样于 50mL 烧杯中，加入 20mL 聚乙二醇 1000 溶液(3.2)，放入搅拌子，将烧杯放在磁力搅拌器上，插入四苯硼酸根电极(4.1)和 217 型双液接参比电极(4.2)，搅拌下，用四苯硼酸钠滴定溶液(3.4)滴定。根据电位突跃判断终点。

7 结果计算

钡含量 c (mg/L)用式(2)计算：

$$c = \frac{T \times V_t}{V} \times 1000 \dots \dots \dots (2)$$

式中：T—滴定度，每毫升四苯硼酸钠相当于钡的质量；

V_t —四苯硼酸钠滴定液用量，mL；

V—水样体积，mL。

8 精密度与准确度

六个实验室分析统一分发的 365mg/L 钡标准溶液，五个实验室分析统一分发的 36.5mg/L 钡标准溶液结果如下：

8.1 重复性

变异系数分别为 1.78%和 1.13%。

8.2 再现性

变异系数分别为 1.84%和 1.51%。

8.3 准确度

相对误差分别为 0.27%和 0.27%。

9 参考文献

GB/T 14671-1993。