

НОВЫЙ ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БАРИЯ

Ю. Л. ЛЕЛЬЧУК, Л. А. ШАБРОВА, В. Г. КОСТЫЛЕВ

(Представлена научным семинаром кафедры аналит. химии)

Методов определения бария известно много [1, 2]. При определении его макроколичеств наиболее точным является весовой метод, основанный на осаждении его и взвешивании в виде сульфата бария [2]. Однако и этот метод не лишен недостатков. Определению бария этим методом мешают катионы стронция, кальция и свинца. Метод длительный. При определении бария в сложных объектах точность анализа значительно снижается за счет явления соосаждения [1, 3]. В связи с этим до сих пор не прекращаются работы по изысканию новых, более совершенных методов его определения.

Из работ по определению макроколичеств бария, опубликованных в последние годы, наибольший интерес представляют титриметрический метод, основанный на осаждении бария тиосульфатом натрия в водно-спиртовой среде и титровании избытка тиосульфата иодом после отделения осадка [4], и комплексометрические методы [5—10]. Однако экспериментальная проверка этих методов показала, что все они обладают малой точностью, большинство их требует предварительного отделения бария от стронция и других мешающих катионов. Комплексометрические методы громоздки.

Нами разработан титриметрический метод определения бария, основанный на осаждении бария избытком титрованного раствора бихромата калия в присутствии ацетатного буфера с рН 4—5 и иодометрическом определении остатка бихромата в фильтрате после удаления хромата бария фильтрованием.

Катионы стронция, кальция, магния, щелочных металлов и аммония определению бария этим методом не мешают.

Продолжительность анализа 30—40 мин. Относительная ошибка определения колеблется в пределах $\pm 0,2$ — $0,6\%$.

Экспериментальная часть

Все растворы готовились из реактивов квалификации х. ч. или ч. д. а. Концентрация исходного раствора хлористого бария установлена весовым методом в виде сульфата бария, концентрация раствора тиосульфата установлена иодометрическим методом, титрованный раствор бихромата калия получен растворением определенной навески препарата, очищенного перекристаллизацией по Ю. В. Клименко

[11]. Ацетатный буферный раствор с рН 4—5 получен смешением 0,1 N растворов уксусной кислоты и уксуснокислого натрия в равных объемах.

Концентрация рабочего раствора хлористого бария отвечала 0,0495 M, азотнокислого стронция 0,1 M, бихромата калия 0,6 N, серной кислоты 2 M, иодистого калия 20%.

Ход анализа. К 10 мл анализируемого раствора хлористого бария прибавляют 20 мл ацетатной буферной смеси и при интенсивном перемешивании небольшими порциями 5 мл 0,6 N раствора бихромата калия. Образующийся осадок хромата бария отфильтровывают и фильтрат количественно собирают в колбу для титрования. Осадок на фильтре промывают водой и промывные воды присоединяют к фильтрату.

К фильтрату добавляют 5 мл серной кислоты, 5 мл раствора иодистого калия и оставляют стоять в темном месте на 10 мин. Затем отфильтровывают выделившийся иод 0,1 N раствором тиосульфата натрия. Раствор крахмала добавляется в конце титрования.

Весовое содержание бария в *г-ионах/л* вычисляется по формуле:

$$[Ba] = \frac{V_1 N_1 - V_2 N_2}{3 V_a} \text{ г-ион/л,}$$

V_1 — объем раствора бихромата калия, *мл*,

N_1 — нормальность раствора бихромата калия в иодометрии,

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, *мл*,

N_2 — нормальность раствора тиосульфата натрия,

V_a — объем анализируемого раствора, *мл*.

Коэффициент 3 в знаменателе получен при учете, что 1 *г-мол* бихромата калия осаждает 2 *г-иона* бария и отвечает 6 *г-окислительным эквивалентам* в реакциях с иодистым калием и тиосульфатом натрия.

Полученные опытные данные при проверке влияния стронция на точность определения бария приведены в таблице.

Таблица

Влияние стронция на точность определения бария.
Содержание бария во всех анализируемых растворах 0,0495 *г-ион/л*

Добавлено стронция, <i>г-ион/л</i>	[Ba]:[Sr]	Найдено бария <i>г-ион/л</i>	Ошибка	
			абсолютная, <i>г-ион/л</i>	относительная, %
0	—	0,0498	+0,0003	+0,6
0	—	0,0494	—0,0001	—0,2
0	—	0,0494	—0,0001	—0,2
0,01	5 : 1	0,0494	—0,0001	—0,2
0,02	2,5 : 1	0,0496	+0,0001	+0,2
0,05	1 : 1	0,0491	—0,0004	—0,8
0,10	1 : 2	0,0493	—0,0002	—0,4
0,25	1 : 5	0,0492	—0,0003	—0,6
0,50	1 : 10	0,0495	0	0

Выводы

Разработан объемный метод определения бария в солях бария, основанный на осаждении его избытком титрованного раствора бихромата калия в присутствии ацетатного буфера и иодометрическом определении остатка бихромата в фильтрате после отделения осадка хромата бария.

ЛИТЕРАТУРА

1. Г. Шарло. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений. Изд-во «Химия», 567, 794, М.-Л., 1966.
 2. В. Ф. Гиллебранд, Г. Э. Лендел, Г. А. Брайт, Д. И. Гофман. Практическое руководство по неорганическому анализу. Госхимиздат, 635, М., 1957.
 3. В. Н. Алексеев. Количественный анализ. Госхимиздат, 110—118, М., 1963.
 4. Бош-Ариньо, Перис-Гомес. Определение бария иодометрическим методом. Реферативный журнал «Химия», 1957, № 5, 264, реферат 15648.
 5. Н. Ф. Combs, E. L. Grove. Титрование бария этилендиаминтетрауксусной кислотой в присутствии других щелочноземельных металлов. 36, № 2, 400 (1964).
 6. Б. Карадаков, А. Алексиева. Комплексонометрическое определение бария с применением сульфата натрия в качестве индикатора. Реферативный журнал «Химия», № 16, 12, 1964, реферат 16Г71 (Болг.).
 7. Дрэгушин. Быстрые методы комплексонометрического определения бария и сульфатов. Rev. Chim. (RPR). 2, № 2, 110 (1960).
 8. V. Golubovic, M. Krastovcevic. Комплексонометрическое определение сульфата бария в гипсе и барите. Реферативный журнал «Химия», 1964, № 23, реферат 23Г129.
 9. Г. Шарло. Методы аналитической химии. Изд-во «Химия», 568, М.-Л., 1966.
 10. А. И. Васютинский, В. И. Могилевская. Количественное определение бария в присутствии стронция, кальция и магния посредством пиромеллитовой кислоты. Журн. анал. химии, 22, вып. 12, 1895 (1967).
 11. Ю. В. Карякин. Чистые химические реактивы. Госхимиздат, 174, М., 1947.
-