

工业无水硫酸钠测定方法的思考与改变

周 闻 黄友志

云南天安化工有限公司 云南昆明 650309

昆明市生态环境局安宁分局生态环境监测站 云南宣威 650399

摘 要: 工业无水硫酸钠作为生产工业氟硅酸钠的主要原料, 公司目前采用无水硫酸钠含量的检验标准是GB/T6009-2014, 此标准对硫酸钠含量的测定状态没有说明样品基态(湿基), 考虑到无水硫酸钠的吸水性, 在包装、取样、缩分、称样、保存等过程均会吸收空气中水分, 因此将样品做了吸水性实验。作者认为在硫酸钠含量测定中对样品转化为BaSO₄沉淀后的灰化、灼烧(800℃)步骤非常耗电、耗时, 可以用4#玻璃砂芯坩埚抽滤、烘干恒重(180℃)替代。

关键词: 吸水性; 灰化灼烧; 抽滤烘干

Abstract: Mercury anhydrous sodium sulfate as the main raw material for the production of industrial sodium fluosilicate, the company currently uses anhydrous sodium sulfate content test standard is GB / t 6009-2014, this standard for the determination of sodium sulfate content does not specify the sample ground state (wet BaSe), Considering the water absorption of anhydrous sodium sulfate, it will absorb moisture in the air in the process of packaging, sampling, shrinkage, weighing and preservation. It is considered that the ashing and burning (800 °C) steps after the sample is converted to BaSO₄ precipitation in the determination of sodium sulfate content are very power-consuming and time-consuming, and can be replaced by 4 # glass sand core crucible, drying and constant weight (180 °C).

Keywords: Water absorption, ash burning, filter drying

中文名: 无水硫酸钠

别名: 无水芒硝

外文名: Sodium sulphate

化学式为: Na₂SO₄

相对分子量: 142.02

外观: 白色结晶颗粒

吸水性: 无水硫酸钠暴露于空气中易吸水, 生成十水合硫酸钠(Na₂SO₄·10H₂O), 1g无水硫酸钠可以吸收1.2676g水。

一、工业无水硫酸钠吸水性实验

1、仪器

1.1 恒温烘箱: 105℃ ± 2℃。

1.2 称量瓶: 扁形

2、实验步骤

无水硫酸钠暴露于空气中易吸水, 生成十水合硫酸钠(Na₂SO₄·10H₂O), 含水硫酸钠在100摄氏度时失去水分, 因此样品在105℃ ± 2℃烘箱中烘至恒重, 时间为2小时, 冷却至室温, 继续烘45分钟, 直至两次称量结果只差不大于0.0003g。将已恒重的无水硫酸钠称10.0000g于称样瓶中, 精确至0.00001g。将已称准确质量的硫酸钠放置于温度为20℃、含湿度50%的空气中按照相关暴露时间吸水增重情况。

表 1

硫酸钠暴露于温度为20℃、含湿度50%的空气中吸水增重情况				
	10分钟	20分钟	30分钟	1小时
恒重样品质量g	10.0010	10.0022	10.0005	10.0027
吸水样品质量g	10.0017	10.0043	10.0040	10.0077
增加净重g	0.0007	0.0021	0.0035	0.0050
水分结果%	0.007	0.021	0.035	0.050

实验结论:

(1) 工业无水硫酸钠虽然具有较强的吸水性, 经过多次吸水性实验在一小时内的吸水量为0.050%。

(2) 包装、取样、缩分、称样、保存等过程只要在相对干燥环境中以及避免样品长时间暴露于空气就可以减少样品吸潮。

(3) 检验标准GB/T6009-2014, 此标准对硫酸钠含

通讯作者简介: 周闻(1986年10月), 性别: 男, 民族: 汉族, 籍贯: 云南省玉溪市, 职称: 化工分析助理工程师, 学历: 本科, 研究方向: 主要从事化工, 邮箱: 381595685@qq.com, 邮编: 650309。

通讯作者简介: 黄友志(1985年3月), 性别: 男, 民族: 汉族, 籍贯: 云南宣威, 职称: 工程师, 学历: 大学本科, 环境科学, 专业研究方向: 环境监测, 邮箱: 349102532@qq.com, 邮编: 650399。

量的测定状态没有说明样品基态。主要考虑了样品短时间内暴露在空气中的吸水性较弱。实验证明：无水硫酸钠硫酸钠主含量的基态为：湿基。样品分析前不需要恒重。

二、硫酸钠含量的测定

1、方法提要：用水溶解试料并过滤不溶物，在酸性条件下，加入氯化钡与试验溶液中的硫酸根离子生成硫酸钡沉淀，过滤、烘干、恒重、称量、计算。

2、试剂

2.1 盐酸溶液：1+1。

2.2 氯化钡（BaCl₂·2H₂O）溶液：122g/L。

2.3 硝酸银溶液：20g/L。

3、仪器

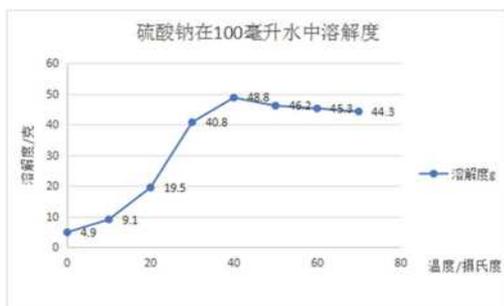
3.1 恒温烘箱：180℃ ± 2℃。

3.2 循环水式真空泵

3.3 4#玻璃砂芯30ml（4#砂芯坩埚过滤孔径：5-15 μm）

4、分析步骤

4.1 样品试液的制备



由上图可知硫酸钠在100毫升水中的最大溶解温度是50℃，其溶解度为48.8g。称取固体样品溶解时最大称样量应小于其最大溶解度重量。溶解温度应高于50℃，保证样品完全溶解于水中。

称取约5g已恒重的试样，精确至0.0002g置于250mL烧杯中，加100mL水，加热溶解。将溶液用中速定量滤纸过滤至500mL（V₁）容量瓶中，用水洗涤至无硫酸根离子为止（用氯化钡溶液检验）冷却，用水稀释至刻度，摇匀。

4.2 测定

用移液管移取25mL（V₂）试验溶液，置于500mL烧杯中，加5mL盐酸溶液和270mL水，加热至微沸。在搅拌下滴加10mL氯化钡溶液，滴加时间约需1.5min，继续搅拌并保持微沸2min ~ 3min 盖上表面皿，继续保持微沸5min。然后将烧杯置于沸水浴上保温2h。取出烧杯后趁热用G4玻璃砂芯坩埚过滤，将沉淀转移至已于180℃ ± 2℃下恒重至质量恒定的G4玻璃砂芯坩埚坩埚中，用温水洗涤沉淀至无氯离子为止（取5mL洗涤液，加5mL硝酸银溶液混匀，放置5min不出现混浊）在180℃ ± 2℃恒温烘箱

中干燥45分钟，至于干燥器中冷却至室温、称量。

5、结果计算

硫酸钠含量以硫酸钠（Na₂SO₄）的质量分数 ω₁ 计，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.6086}{m \times V_2 / V_1} \times 100\% - 5.844w_3$$

式中：V₁——容量瓶中试样溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V₂——移取试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m₁——硫酸钡沉淀及玻砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m₂——玻砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m——试料质量的数值，单位为克（g）；

ω₃——测得的钙和镁（以Mg计）含量的准确数值；

0.6086——硫酸钡换算为硫酸钠的系数；

5.844——钙和镁换算为硫酸钠的系数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

表2

	耗时（小时）	耗电（度）
灰化（电炉）、灼烧（马弗炉800℃）	1h, 1h	1KW/h 4KW/h
烘干（180℃烘箱）	45min	1KW/h

表3

样品序号	1	2	3	4	5
灰化、恒重样品主含量%	99.10	99.05	99.18	99.15	99.06
烘干、恒重样品主含量%	99.22	99.18	99.30	99.24	99.22

6、实验结论

（1）实验证明本方法通过用G4玻璃砂芯坩埚替代瓷坩埚灰化、灼烧，1个样品检验时间至少可以减少约1.5小时，可以节约用电约4度。

（2）公司采购的无水工业硫酸钠杂质含量较低，硫酸钠主含量纯度在99.0%以上的一等品，样品合格率在99%以上，硫酸钡沉淀只要充分洗涤不含氯化钠就可以采用抽滤、烘干的方法。

（3）实验证明：此方法与仲裁法分析数据对比在误差范围内。

参考文献：

[1]工业无水硫酸钠GB/T 6009-2014；中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局等；2014-07-08。

[2]用玻璃坩埚抽滤法测定工业无水硫酸钠主含量.郑海明, 韩仲果;《苏盐科技》; 2007-09-15。