

硫酸根的测定——EDTA 滴定法

本方法适用于循环冷却水和天然水中硫酸根离子的测定，水样中硫酸根含量大于 200mg/L 时，可进行适当稀释。

1.0 原理

水样中加入氯化钡，与硫酸根生成硫酸钡沉淀。过量的钡离子在氯化镁存在下，以铬黑 T 为指示剂，用 EDTA 滴定。

2.0 试剂

2.1 1:1 盐酸溶液。

2.2 0.5%铬黑 T 乙醇溶液（同总硬度的测定）

2.3 氨-氯化铵缓冲溶液（PH=10.3）

2.4 0.0125mol/L 氯化钡溶液

称取 3.054g 氯化钡（BaCl₂·2H₂O）溶于 100mL 水中，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度。

2.5 0.01mol/L 氯化镁溶液的配制

称取 2.1g 氯化镁（MgCl₂·6H₂O）溶于少量水中，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度。

2.6 0.01mol/L EDTA 标准溶液

3.0 仪器

3.1 滴定管：酸式 25mL。

3.2 电炉。

4.0 分析步骤

4.1 水样的测定

吸取经中速滤纸干过滤的水样 50mL 于 250mL 锥形瓶中，加入三滴 1:1 盐酸，在电炉上加热微煮半分钟，再加入 10mL 0.0125mol/L 氯化钡溶液，煮沸半分钟，再加入 10mL 0.0125mol/L 氯化钡溶液，煮沸 10 分钟，冷却 10 分钟后，加入 5mL 0.01mol/L 氯化镁溶液，10mL 氨-氯化铵缓冲液，6-10 滴铬黑 T 指示剂，用 0.01mol/L EDTA 标准溶液滴定，溶液从酒红色至纯蓝色为终点。

4.2 水中硬度的测定

吸取经中速滤纸干过滤后水样 50mL，加 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液，6~10 滴铬黑 T 指示剂，用 0.01mol/L EDTA 标准溶液滴定至纯蓝色。

4.3 氯化钡、氯化镁消耗 EDTA 标准溶液的体积。准确吸取 10mL 0.0125mol/L 氯化钡溶液，5mL 0.01mol/L 氯化镁溶液于 250mL 锥形瓶中，加水 50mL，再加入 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液及 6-10 滴铬黑 T 指示剂，用 0.01mol/L EDTA 标准溶液滴至纯蓝色。

5.0 分析结果的计算

水样中硫酸根离子的含量 X（毫克/升），按下式计算：

$$X=96.06 \times (V_2+V_3-V_4) \times M_2 \times 1000 / (2 \times V_w)$$

式中：

V₂—测定水样硬度时消耗 EDTA 的体积，毫升；

V₃—滴定氯化钡和氯化镁溶液时消耗 EDTA 标准溶液的体积，毫升；

V₄—测定水样硫酸根时消耗 EDTA 标准溶液的体积，毫升；

M2—EDTA 标准溶液的摩尔浓度，摩尔/升；

V_w—水样体积，毫升。

6.0 允许差

硫酸根含量在 100mg/L 范围内时，平行测不定期两个结果差，不大于 4mg/L。

7.0 结果表示

取平行测定两结果的算术平均值，作为水样的硫酸根含量。