

## OZNACZANIE SIARCZANÓW(VI) W POSTACI $\text{BaSO}_4$

W praktyce laboratoryjnej oznaczanie siarczanów(VI) najczęściej wykonuje się metodą wagową. Podstawą tego oznaczenia jest wytrącenie z badanego r-ru jonów siarczanowych(VI) w postaci osadu siarczanu(VI) baru, który spełnia wszystkie wymagania metody: jest trudno rozpuszczalny, czysty i posiada ściśle określony skład chemiczny oraz występuje w postaci ułatwiającej sączenie i przemywanie.

Siarczan(VI) baru może wytrącać się w postaci drobnokrystalicznej, szczególnie gdy wytrącanie zachodzi w temperaturze pokojowej. Duże kryształy  $\text{BaSO}_4$  otrzymuje się w trakcie wytrącania go na gorąco w środowisku kwasu solnego. W takich warunkach rozpuszczalność  $\text{BaSO}_4$  rośnie, co skutkuje zmniejszeniem liczby centrów krystalizacji i prowadzi do otrzymania osadu grubokrystalicznego.

### **Odczynniki i sprzęt laboratoryjny**

- ✓ stężony HCl, 5% r-r  $\text{BaCl}_2$ , 0,1 mol/L  $\text{AgNO}_3$
- ✓ zlewki, bagietka szklana, bibuła filtracyjna o średniej gęstości, trójnog laboratoryjny z siatką ochraniającą przed bezpośrednim działaniem palnika, palnik, tygiel ceramiczny, trójkąt do tygli, szczytce stalowe, lejek szklany, waga analityczna

### **Zasada metody**

Oznaczenie polega na wytrąceniu jonów siarczanowych(VI) za pomocą chlorku baru w środowisku kwasu chlorowodorowego (HCl), odsączeniu, przemyciu, wyprażeniu i zważeniu otrzymanego osadu w postaci  $\text{BaSO}_4$ .

### **Wykonanie oznaczenia**

Badaną próbkę zawierającą jony siarczanowe(VI) należy rozcieńczyć w zlewce wodą do objętości 250 mL i zakwasić 1 mL stężonego roztworu kwasu chlorowodorowego. Tak otrzymany roztwór ogrzać do wrzenia. Następnie małymi porcjami dodawać 5% roztwór  $\text{BaCl}_2$ , jednocześnie mieszając badany roztwór szklanym pręcikiem. W momencie zauważenia, że nie przybywa ilości osadu po dodaniu kolejnej porcji r-ru wytrącającego, odczekać aż osad opadnie na dno zlewki, następnie sprawdzić całkowitość wytrącenia przez ponowne dodanie do roztworu badanego kilku kropel  $\text{BaCl}_2$ . Zlewkę z cieczą zawierającą osad umieścić na siatce i ogrzewać małym płomieniem ok. 30 minut, mieszając co pewien czas, aby ułatwić dojrzewanie osadu.

Osad odsączyć na sączku wykonanym z bibuły o średniej gęstości i przemywać gorącą wodą do zaniku reakcji na jony  $\text{Cl}^-$  (reakcja z roztworem  $\text{AgNO}_3$ ). Otrzymany osad suszyć wstępnie w temp.  $130^\circ\text{C}$  w suszarce przez ok. 30 minut, a potem przenieść wraz z sączkiem do tygla o stałej masie. Ostrożnie spalić sączek nad palnikiem przy dobrym dostępie powietrza, aby nie zaszła reakcji redukcji siarczanu(VI) baru do siarczku baru. Redukcja może zachodzić w obecności węgla, który powstaje w wyniku niepełnego spalania sączka. Tygiel z produktami spalania umieścić w piecu silitowym. Przeprowadzić prażenie osadu w temperaturze około  $800^\circ\text{C}$  w ciągu ok. 45 minut. Po wystudzeniu w eksykatorze zważyć tygiel z zawartością na wadze analitycznej. Obliczyć ilość siarczanów(VI) w próbce badanej.