

## 微波炉在重量法测定硫中的应用

姜 锋<sup>①</sup> 江荣燕

长沙工业高等专科学校 湖南 410012

**摘要** 采用玻璃砂芯坩埚过滤  $\text{BaSO}_4$  沉淀,微波炉代替马弗炉恒重坩埚、沉淀,重量法测定了矿石中的硫。方法准确,精密度好。微波炉不需预先升温,加热6min 可达恒重,省时、省电。

**关键词** 微波炉 硫 重量法

利用微波能加热的优点是加热快速、均匀。Shawky H Tadros, Donald O Frazier<sup>[1]</sup> 利用微波能恒重  $\text{BaSO}_4$  沉淀,重量法测定了三甘氨酸硫酸盐中硫酸盐含量。笔者在此基础上,利用玻璃砂芯坩埚过滤  $\text{BaSO}_4$  沉淀,微波炉加热恒重,重量法测定了矿石样品中的硫,结果准确、精密度好,与马弗炉恒重结果对照,无显著性差异。马弗炉升温速度慢,达  $800^\circ\text{C}$  需2~4h,沉淀在  $800^\circ\text{C}$  下灼烧20min 可达恒重。而采用微波炉加热,不需要预热,沉淀在微波炉内加热6min 即可达到恒重。微波炉炉膛干净无污染,玻璃砂芯坩埚不需加盖。另据文献<sup>[1]</sup> 介绍,微波炉恒重操作采用玻璃砂芯坩埚过滤沉淀,不使用滤纸,可避免高温下炭对  $\text{BaSO}_4$  沉淀的还原作用。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器与试剂

微波炉:S. M. C E70E 型(微波炉输出功率550W,10档可调)。

玻璃砂芯坩埚:G4。

$\text{HNO}_3$ - $\text{KClO}_3$  溶液: $\text{KClO}_3$  固体加入到浓  $\text{HNO}_3$  中至饱和。

#### 1.2 样品处理<sup>②</sup>

准确称取样品(锌精矿,柿竹园多金属矿质量检验科提供)0.2~1g 于烧杯中,加入少量水并将试样摇匀,加入  $\text{HNO}_3$ - $\text{KClO}_3$  饱和溶液15ml,盖上表面皿,不断摇动,待剧烈作用停止后于低温电炉上加热至样品完全溶解,并蒸至5ml 以下,取下稍冷后沿杯壁缓缓加入浓  $\text{HCl}$  5ml,于低温电炉上蒸发至干,反复一次。取下冷却后再加  $\text{HCl}$  3~5ml,微热,用水吹洗表面皿及杯壁,并加水至50~80ml,煮沸。冷后用中速定性滤纸过滤,滤液用250ml 容量瓶承接,以2%  $\text{HCl}$  洗至无  $\text{Fe}^{3+}$ ,水稀释至刻度。

移取50ml 滤液两份,按照常规方法加入10%  $\text{BaCl}_2$  溶液进行沉淀。溶液体积控制在300ml,保温1h,再静置3~4h(或过夜),分别用定量滤纸及玻璃砂芯坩埚过滤。

#### 1.3 马弗炉灼烧恒重步骤

按常规滤纸过滤、瓷坩埚灼烧恒重的重量法操作步骤进行。

#### 1.4 微波炉加热恒重步骤

##### 1.4.1 玻璃砂芯坩埚的准备

洗净玻璃砂芯坩埚,凉干。放入微波炉,

① 姜 锋 男,讲师,从事仪器分析教学和科研工作。

江荣燕 女,本校92届毕业生,现在德兴铜矿检化中心化验室工作。

② 柿竹园多金属矿质量检验科. 多金属矿常用分析方法选编, 1986, 第278页。

以最大输出功率(10档)加热6min,取出放入干燥器中冷至室温后称重,然后放入微波炉中进行第2次灼烧6min,取出放入干燥器中冷至室温后再称重,直至恒重。

#### 1.4.2 沉淀过滤和灼烧

将恒重的玻璃砂芯坩埚装入抽滤瓶的橡皮垫圈中,抽滤,将沉淀定量转移至坩埚内,洗净沉淀,将沉淀和玻璃砂芯坩埚放入微波炉中灼烧,每次6min,重复操作至恒重。

## 2 结果与讨论

### 2.1 微波炉加热功率选择

微波炉输出功率分为10档可调,最大输出功率为10档,低于10档时是靠间歇输出微波加热,玻璃砂芯坩埚有轻微的吸湿性,因此选择10档加热。

### 2.2 微波炉灼烧时间和次数的选择

分别采用每次加热2min、6min 的方式进行灼烧恒重,结果如下表。

表 灼烧时间和次数的选择

| 称量物   | 恒重次数 | 恒重称量<br>(g, 加热2min) | 恒重称量(g, 加热6min) |         |         |         |         |
|-------|------|---------------------|-----------------|---------|---------|---------|---------|
|       |      |                     | 1               | 2       | 3       | 4       | 5       |
| 坩埚    | 第1次  | 28.4384             | 28.0250         | 25.2039 | 30.5144 | 25.2953 | 26.1763 |
|       | 第2次  | 28.2361             | 28.0180         | 25.2037 | 30.5140 | 25.2954 | 26.1763 |
|       | 第3次  | 28.1712             | 28.0179         |         | 30.5141 |         |         |
|       | 第4次  | 28.1710             |                 |         |         |         |         |
| 坩埚+沉淀 | 第1次  |                     | 29.2236         | 26.3490 | 30.8428 | 25.6269 | 26.5074 |
|       | 第2次  |                     | 29.1654         | 26.3487 | 30.8426 | 25.6267 | 26.5074 |
|       | 第3次  |                     | 29.1654         | 26.3486 | 30.8426 |         |         |
| S(%)  |      |                     | 29.38           | 29.33   | 29.51   | 29.41   | 29.39   |

实验结果表明,每次灼烧6min,只需2次即可达到恒重。

### 2.3 冷却时间选择

试验了玻璃砂芯坩埚在干燥器中冷却不同时间后再称量,结果表明,冷却时间少于30min时,在称量过程中,坩埚会不断吸湿增重,实验选择冷却时间为40min。

### 2.4 分析结果及统计检验

分别采用马弗炉、微波炉灼烧恒重,重量法测定了柿竹园多金属矿提供的锌精矿中的硫,马弗炉恒重结果  $w(S)/10^{-2}$  为:28.10、28.92、29.22、29.35、29.42、29.45、29.46、29.48、29.49、29.63、29.83。 $\bar{x}$  为29.31,RSD 为1.57%。而微波炉恒重结果  $w(S)/10^{-2}$  为:28.51、28.81、29.26、29.28、29.33、29.33、29.39、29.41、29.44、29.51、30.02。其  $\bar{x}$  为

29.30,RSD 为1.31%。分析结果采用  $F$  检验法及  $t$  检验法检验表明,采用微波炉、马弗炉恒重这两种方法之间未见显著性差异。

## 3 结语

实验结果和统计检验表明,利用微波炉代替马弗炉恒重硫酸钡沉淀进行重量分析,结果之间不存在系统误差。微波炉不需预热,方法简单,省时省电,且炉膛干净无污染。

## 4 参考文献

- 1 Shawky H Tadros, Donald O Frazier. Use of a Microwave Oven to Drying Barium Sulphate Precipitates in the Determination of Sulphate. *Analyst*. 1990,115(2):229.

(收稿日期:1992-10-13,修回日期:1993-02-20)

(英文摘要下转第141页)

(上接第136页)

## **Application of Microwave Oven to Gravimetric Determination of Sulfur**

*Jiang Feng and Jiang Rongyan*

(Changsha Industrial High School, Changsha, Hunan, 410023)

A microwave oven is used for drying the  $\text{BaSO}_4$  precipitate which has been filtered off on a sintered glass filter crucible. Only 6 min is required for the heating, without any preheating of the oven. The results compare favorably with those obtained from the traditional ignition of precipitate in paper.

**Key words:** sulfur, gravimetry, microwave oven