

EGTA 电位滴定法测定钙

北京第五研究所 彭路生

本文,应用前人^[1]的实验条件来测定硅酸盐及碳酸盐中的钙。实验表明,以钙选择电极为指示电极,212型甘汞电极为参比电极,用EGTA电位滴定,滴定酸度在 $\text{pH} \geq 11$ 时,结果令人满意,且较文献^[2]介绍的方法简单而可靠。在测定 CaO 含量分别为0.86—13.63%的硅酸盐和28.04%的碳酸盐试样时,标准偏差为 ± 0.017 —0.26%,回收率为97—101%。

一、仪器及试剂:

钙离子选择电极,二(2-异辛基苯基磷酸)

钙为活性材料(苏州计量局实验工厂)。

参比电极,212型饱和甘汞电极(上海电光厂)。pH M-4型酸度计(丹麦Radiometer)精密 ± 0.1 mV。

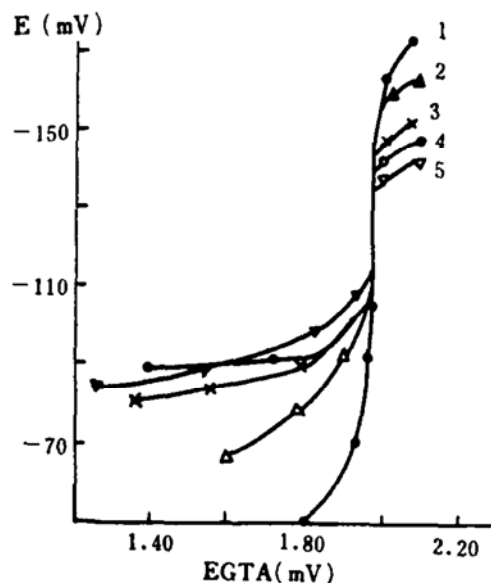
钙离子标准溶液:准确称取2.4972克经105—110℃干燥二小时的碳酸钙(G. R.),加3N HCl 20毫升,在电炉上加热至赶尽 CO_2 ,转移至1000毫升容量瓶,用水稀释至刻度,则得1.00mg/ml的钙离子标准液。

EGTA:称取4.75克EGTA,加少量水和15ml 3N KOH,溶解后转移至500毫升容量瓶,用水冲稀至

刻度。然后用标准钙溶液标定。

二、实验部分:

1. 用EGTA滴定 Ca^{2+} 的滴定曲线: 图中示出了在纯 Ca^{2+} 和含多种离子时, 用EGTA滴定 Ca^{2+} 的滴定曲线。由图可见: (1) 在纯 Ca^{2+} 溶液中, 有异常明显的终点电位突跃($\sim 40\text{mV}/0.01\text{mlEGTA}$); (2) 共存离子越多, 终点电位突跃越窄; (3) 多种离子共存时, 终点突跃电位选择大于 $|-120\text{mV}|$ 。



钙的突跃点

1: 2mgCa^{2+} ; 2: $2\text{mgCa}^{2+} + 2.5\text{mgPO}_4^{3-}$; 3: $2\text{mgCa}^{2+} + 2\text{mgMg}^{2+}, 3\text{mgAl}^{3+}, 2\text{mgFe}^{3+}, 0.5\text{ml}$ 三乙醇胺; 4: $2\text{mgCa}^{2+} + 2\text{mgMg}^{2+}, 3\text{mgAl}^{3+}, 2\text{mgFe}^{3+}, 2.5\text{mgPO}_4^{3-}, 0.5\text{ml}$ 三乙醇胺; 5: $2\text{mgCa}^{2+} + 2\text{mgMg}^{2+}, 3\text{mgAl}^{3+}, 2\text{mgFe}^{2+}, 2\text{mgPO}_4^{3-}, 0.2\text{mgF}^-, 0.5\text{ml}$ 三乙醇胺

2. 干扰实验: 在滴定体系中加入 1 毫克钙离子, 分别加入不同离子, 允许共存的阴阳离子见表 1。

3. 测定钙的操作步骤: 准确称取 0.1000g 试

允许共存的阴阳离子量 表 1

加入离子	允许共存量 (mg)
Pb^{2+}	40
Al^{3+}	35
Ba^{2+}	13
Mg^{2+}	3.5 (pH11), 7 (pH10)
Ni^{2+}	0.8
Fe^{3+}	0.5, 5 (加入 0.5ml 三乙醇胺)
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	20
PO_4^{3-}	3.2

注: 遇 F^- , PO_4^{3-} 较高的试样滴定速度缓慢, 加剧搅拌。

于 100ml 烧杯中, 加入 6ml 浓盐酸和 2ml 浓硝酸, 于电热板上蒸至近干, 用水溶解干涸物, 转移至 100ml 容量瓶, 用水稀释至刻度, 然后分取 $2-5\text{ml}$ 试液于 50ml 烧杯, 加水至体积约为 30ml , 加 1 滴酚酞指示剂, 滴加 1N KOH 至红色出现, 再过量 1 滴。插入钙电极和甘汞电极, 在搅拌下, 缓慢滴加 EGTA 至终点电位突跃 ($> |-120\text{mV}|$)。

CaO 结果对照 表 2

样品编号	EGTA 络合滴定法 (%)	原子吸收法 (%)	本法 (%)
硅酸盐-101	0.83	0.75	0.86
硅酸盐-103	13.76	13.55	13.63
硅酸盐-105	4.80	4.46	4.92
碳酸盐-104	27.35	28.31	28.04

参考文献

1. 彭路生, 用钙选择电极和 EGTA 电位滴定法测定磷矿中的钙 (待发表)。
2. Jaroslav kotek et al., Anal. chim. Acta, 120 93 (1980).

DETERMINATION OF CALCIUM BY USING POTENTIOMETRIC TITRATION WITH EGTA

Peng Lu-sheng

A rapid method for determining calcium in alkalic medium by using potentiometric titration has been developed. In this method calcium ion-selective electrode and calomel electrode were used to detect the end point.