

## 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<sup>[1]</sup>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<sup>[2]</sup>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 $\pm 0.017$ — $0.26\%$ ,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 $\pm 0.1$  mV。

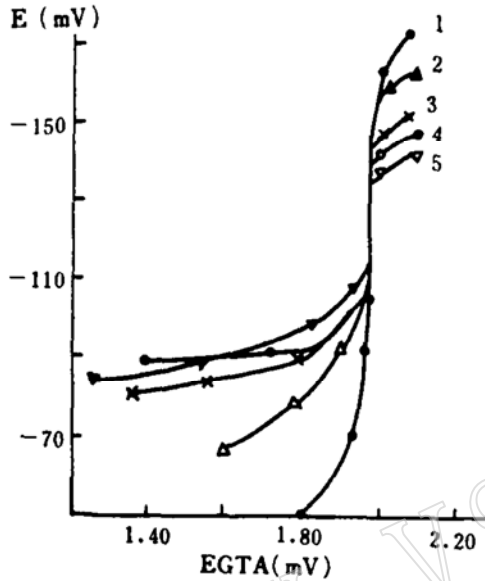
钙离子标准溶液:准确称取2.4972克经105—110°C干燥二小时的碳酸钙(G. R.),加3N HCl 20毫升,在电炉上加热至赶尽 $\text{CO}_2$ ,转移至1000毫升容量瓶,用水稀释至刻度,则得1.00mg/ml的钙离子标准液。

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<sup>2+</sup>的滴定曲线: 图中示出了在纯Ca<sup>2+</sup>和含多种离子时, 用EGTA滴定Ca<sup>2+</sup>的滴定曲线。由图可见: (1) 在纯Ca<sup>2+</sup>溶液中, 有异常明显的终点电位突跃(~40mV/0.01mlEGTA); (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|-120mV|。



钙的突跃点

1: 2mgCa<sup>2+</sup>; 2: 2mgCa<sup>2+</sup> + 2.5mgPO<sub>4</sub><sup>3-</sup>; 3: 2mgCa<sup>2+</sup> + 2mgMg<sup>2+</sup>, 3mgAl<sup>3+</sup>, 2mgFe<sup>3+</sup>, 0.5ml三乙醇胺; 4: 2mgCa<sup>2+</sup> + 2mgMg<sup>2+</sup>, 3mgAl<sup>3+</sup>, 2mgFe<sup>3+</sup>, 2.5mgPO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, 0.5ml三乙醇胺; 5: 2mgCa<sup>2+</sup> + 2mgMg<sup>2+</sup>, 3mgAl<sup>3+</sup>, 2mgFe<sup>2+</sup>, 2mgPO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, 0.2mgF<sup>-</sup>, 0.5ml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0.1000克试

允许共存的阴阳离子量 表 1

加入离子	允许共存量 (mg)
Pb <sup>2+</sup>	40
Al <sup>3+</sup>	35
Ba <sup>2+</sup>	13
Mg <sup>2+</sup>	3.5 (pH11), 7 (pH10)
Ni <sup>2+</sup>	0.8
Fe <sup>3+</sup>	0.5. 5(加入0.5ml三乙醇胺)
Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>2-</sup>	20
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	3.2

注: 遇F<sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>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2-5ml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(>|-120mV|)。

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.