

连续滴定法测定蛋壳中钙、镁离子的含量^{*}

程春萍,张丽娜

(包头师范学院化学学院,内蒙古 包头 014030)

摘要: 本论文采用 EDTA 络合滴定法的实验方案,通过将样品灰化后溶解,再加入一定量的掩蔽剂、指示剂,最后用 EDTA 滴定,从而测定鸡蛋壳中镁的含量。通过两种方案的相互验证,可以得出蛋壳中的镁含量大约为 0.80%,结果令人满意。

关键词: 鸡蛋壳;镁含量;滴定

中图分类号: O655.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1006-7981(2010)08-0035-02

随着人们生活水平的不断提高,鸡蛋的消耗量与日俱增,因此产生了大量的蛋壳。鸡蛋壳在医药、日用化工及农业方面都有广泛的应用。做“蛋壳中镁含量的测定”实验,不仅可以使基本操作得到训练,而且由于是实物操作,能较全面的提高自己的分析解决问题的能力。另外,还可变废为宝,充分利用资源。

蛋壳中镁含量的测定方法包括: 配位滴定法、酸碱滴定法、高锰酸碱滴定法、原子吸收法等,本论文采用 EDTA 络合滴定法的两种实验方案进行测定,通过将样品灰化后溶解,再加入一定量的掩蔽剂、指示剂,最后用 EDTA 滴定,从而测定镁的含量。通过两种方案的相互验证,可以得出蛋壳中的镁含量大约为 0.80%,结果令人满意。

1 蛋壳的处理(灰化)

将蛋壳洗净,取出内膜、烘干,用研钵研碎,准确称取 5.53g 蛋壳细粉,置于瓷坩埚中,用电炉炭化,

放冷,用稀盐酸 20mL 润湿,小火蒸至无烟,置于马弗炉内于 1000℃ 下灰化 2h,取出放冷,加稀盐酸使钙、镁离子完全溶解,过滤后将滤液定量转移至 100mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀备用。

1.1 钙含量的测定

表 1 连续测定法测蛋壳中的钙含量

序号	1	2	3
项目			
m _{蛋壳} /g		5.5323	
V _{蛋壳液} /mL	2.50	2.50	2.50
V _{EDTA终} /mL	25.00	24.95	24.95
V _{EDTA始} /mL	0.00	0.00	0.00
V _{EDTA} /mL	25.00	24.95	24.95

准确移取蛋壳溶液 2.50mL 置于 250mL 锥形瓶中,加蒸馏水 20.0mL,然后加入三乙醇胺溶液 5.0mL,摇匀,再加孔雀绿溶液 1-2 滴,在摇动下滴加 NaOH(10%) 溶液至溶液绿色恰好消失为止。加适

果比较接近,两者之间互有大小。

4 数值分析法的意义及发展方向

随着计算科学的迅速发展及其在工程技术等领域中的广泛应用,数值方法已成为近似求解工程结构问题的重要工具。有限元法和计算机的结合,产生了巨大的威力,应用范围很快从简单的杆、板结构推广到复杂的空间组合结构,使过去不可能进行的一些大型复杂结构的静力分析变成了常规的计算,固体力学中的动力问题和各种非线性问题也有了各种相应的解决途径。

结构分析数值方法的发展主要有三个方向:①研究与改进适用于各种工程结构分析的数值方法以及它们的误差、收敛性等理论问题;②研究各种数值方法的结合以及数值方法与结构试验方法或解析解的结合,以期耗费最少的金钱与时间获得最能反映实际情况的高精度的成果;③根据需要研制或改进

结构分析应用软件,特别是着重发展适用于小型计算机、微型计算机的高度模块化的结构分析程序系统。此外,为了使数值计算能更好地符合实际情况,有效、准确地测定反映结构静、动力性态的各种计算参数已成为急待发展的课题。

参考文献

[1] 徐次达,华伯浩.固体力学有限元理论、方法及程序[M].北京:水利电力出版社,1983.
[2] C. A. 布莱比亚著,武际可,傅子智译.工程师用的边界单元法[M].北京:科学出版社,1986.
[3] 冯康,等.数值计算方法[M].北京:国防工业出版社,1978.
[4] 龙驭球.有限元法概论[M].北京:人民教育出版社,1978.

量的固体钙指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定溶液颜色由紫红色突变为纯蓝色即为终点。记录 EDTA 消耗的体积数,平行测三份(见表 1)

1.2 镁含量的测定

向滴定完钙离子的上述溶液中滴加 HCl 溶液(1:1)至溶液颜色由蓝色变为紫红色,并过量约 1.0 mL,摇匀。然后用 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 溶液回滴至溶液呈蓝色,再加入 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} - \text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲液($\text{pH} = 10$) 10.0 mL,加入适量的酸性铬蓝-萘酚绿指示剂,摇匀。用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色突变为纯蓝色即为终点。记录 EDTA 消耗的体积数,计算镁的含量。平行测三次(见表 2)。

1.3 数据记录与处理

表 2 连续测定法测蛋壳中的镁含量

序号	1	2	3
项目			
$m_{\text{蛋壳}} / \text{g}$		5.5323	
$V_{\text{蛋壳液}} / \text{mL}$	2.50	2.50	2.50
$V_{\text{EDTA 终}} / \text{mL}$	0.90	0.95	0.90
$V_{\text{EDTA 始}} / \text{mL}$	0.00	0.00	0.00
$V_{\text{EDTA}} / \text{mL}$	0.90	0.95	0.90
$C_{\text{EDTA}} / \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$		0.04951	
$C_{\text{Mg}^{2+}} / \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$	0.01782	0.01881	0.01782
m_{Mg} / g	0.04331	0.04572	0.04331
m_{Mg}		0.04411	
$\text{Mg}\%$		0.80	

已知: $M_{\text{Mg}} = 24.3050 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 公式: $C_{\text{Mg}^{2+}} =$

$$\frac{C_{\text{EDTA}} \times V_{\text{EDTA}}}{V_{\text{蛋壳液}}} \quad (1)$$

$$m_{\text{Mg}} = C_{\text{Mg}^{2+}} \times 0. K \cdot M_{\text{Mg}} \quad (2)$$

$$\text{Mg}\% = \frac{m_{\text{Mg}}}{m_{\text{蛋壳}}} \times 100\% \quad (3)$$

式中: $C_{\text{Mg}^{2+}}$ 是蛋壳溶液中镁离子的浓度 ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$);

$V_{\text{蛋壳液}}$ 是蛋壳溶液的体积 (mL);

C_{EDTA} 是 EDTA 标准溶液的浓度 ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$);

V_{EDTA} 是滴定镁含量所消耗的 EDTA 的体积 (mL);

m_{Mg} 是镁含量的质量 (g); M_{Mg} 是镁的相对分子质量 ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$);

$\text{Mg}\%$ 是镁的质量所占蛋壳粉末的百分比。

3 结论

Abstract In this paper, the use of EDTA complexometric titration of the two experimental program, By dissolving the sample after ashing, and then adding a certain amount of masking agent, indicator, the final titration with EDTA, which in the determination of eggshell magnesium content. Two programs of mutual authentication, the shell can be drawn about the magnesium content of 0.80 percent for satisfactory results.

Key words Eggshell; Content of Magnesium; Titration

通过滴定镁含量所消耗的 EDTA 的体积数,运用公式 (1)~(3) 计算,得出蛋壳细粉中所含镁的质量为 0.04411g,占蛋壳细粉总量的 0.80%。

4 实验过程讨论

4.1 干扰离子的掩蔽

鸡蛋壳中的主要干扰离子是 Al^{3+} 、 Fe^{3+} ,运用三乙醇胺作为掩蔽剂可以很好的将干扰离子进行掩蔽,使其不干扰实验的滴定过程。

4.2 酸度的控制

pH 值的控制是 EDTA 滴定时的重要条件。在测定钙镁总量时, pH 值应维持在 10 左右。若 pH 值低,则钙镁与 EDTA 络合不完全。而当测定钙含量时, pH 值应维持在 12~13, EDTA 主要与钙络合,而镁生成氢氧化镁沉淀。

EDTA 在不同 pH 值下与不同的金属离子作用:

pH 值为 2~3 时,主要与 Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 作用;

pH 值为 4~5 时,主要与 Al^{3+} 作用;

pH 值为 10 时,主要与 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 作用;

pH 值为 12 时,主要与 Ca^{2+} 作用, Mg^{2+} 与 OH^- 生成 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 沉淀。

4.3 孔雀绿的作用

孔雀绿的作用是调节酸度,在测定钙含量时,要消除镁离子对其干扰的简便方法是,将溶液的 pH 值提高到 12~13,使镁生成氢氧化镁沉淀而不与 EDTA 络合。实验中采用加入孔雀绿的方法,当用碱调至溶液绿色刚好消失为止,此时溶液的 pH 值即在 13 左右。此操作简单易行,控制酸度较好,且孔雀绿的加入不影响钙镁的测定。

参考文献

- [1] 李桂英,张尚恒.鸡蛋壳的综合利用[J].化学世界,1992,(11): 522~524.
- [2] 张振英,解从霞.蛋壳中钙镁含量的测定[J].内蒙古石油化工,2006,(11): 15~16.
- [3] 彭秧锡,彭建兵.钙镁含量的连续测定方法[J].水泥,2006,(6): 51~52.
- [4] 李杏雯,秦坚,槐佩刚,张海玉.EDTA 容量法测定镁中指示剂的改进[J].
- [5] 华中师范大学,东北师范大学等.分析化学实验[M].北京:高等教育出版社,2001.
- [6] 蔡明招.分析化学实验[M].北京:化学工业出版社,2004.