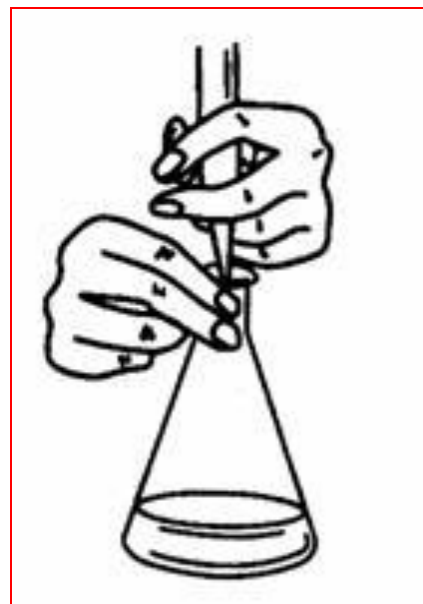
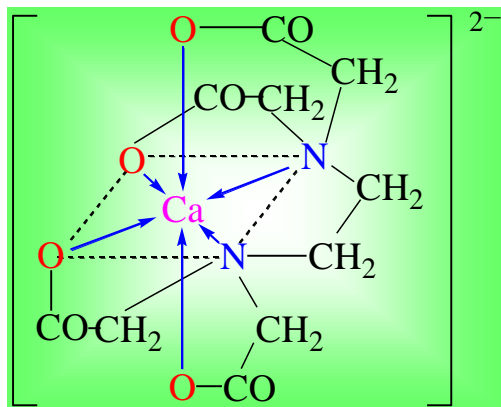
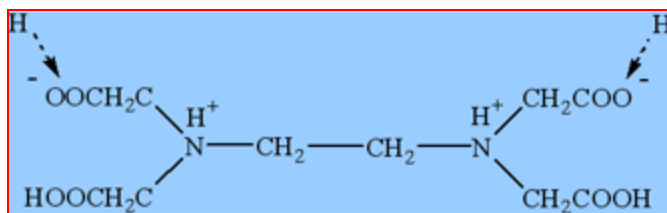




实验六 鸡蛋壳中钙含量的测定 (络合滴定法)





一、实验目的

1. 进一步巩固掌握络合滴定分析的方法与原理;
2. 学会实物样品的酸解处理和转移操作;
3. 学习使用络合掩蔽排除干扰离子影响的方法;

二、实验原理

蛋壳中含有大量的钙，主要以 CaCO_3 (95%~98%) 形式存在，同时也有很少量 MgCO_3 (~0.4%)。还有少量蛋白质、色素以及微量的Fe、Al。将蛋壳粉用盐酸溶解后，可在 $\text{pH}=10$ 时，用铬黑T或K-B指示剂，用EDTA可直接测量 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 总量。样品中共存的干扰离子 Fe^{3+} 和 Al^{3+} 可采用络合掩蔽法消除。可在 $\text{pH}=10$ 时，加入掩蔽剂三乙醇胺使之与 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 等离子生成更稳定的络合物，即可消除干扰。



滴定反应



滴定剂

条件稳定常数为:

$$\lg K'_{\text{CaY}} = \lg K_{\text{CaY}} - \lg \alpha_{\text{Y}(\text{H})}$$

pH≈10时:

$$= 10.7 - 0.45 = 10.24 > 8$$

符合要求

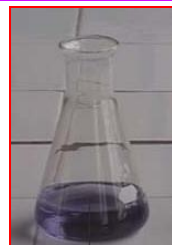
指示剂 K-B



紫红色 → 蓝紫色 → 蓝色

计算公式如下:

$$\text{CaO}(\%) = \frac{C_{(\text{EDTA})} \times V_{(\text{EDTA})} \times M_{\text{CaO}}}{\frac{W}{10} \times 1000} \times 100\% \quad M_{\text{CaO}} = 56.08$$





指示剂 K-B

在pH 8~10的溶液中，酸性铬蓝K本身显蓝色，与锌离子的络合物呈紫红色。而EDTA与 Zn^{2+} 离子形成更稳定的络合物，因此用EDTA溶液滴定至近终点时，K-B指示剂被游离了出来，溶液由紫红色变为蓝色。

显色反应



终点反应

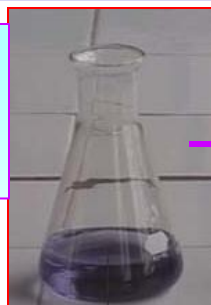


置换反应

$$\lg K_{\text{CaY}} > \lg K_{\text{CaIn}}$$



蓝紫色





三、实验步骤

1. 酸式滴定管的准备

将酸式滴定管洗净，用已知浓度的EDTA润洗三次，备用。

2. 样品预处理

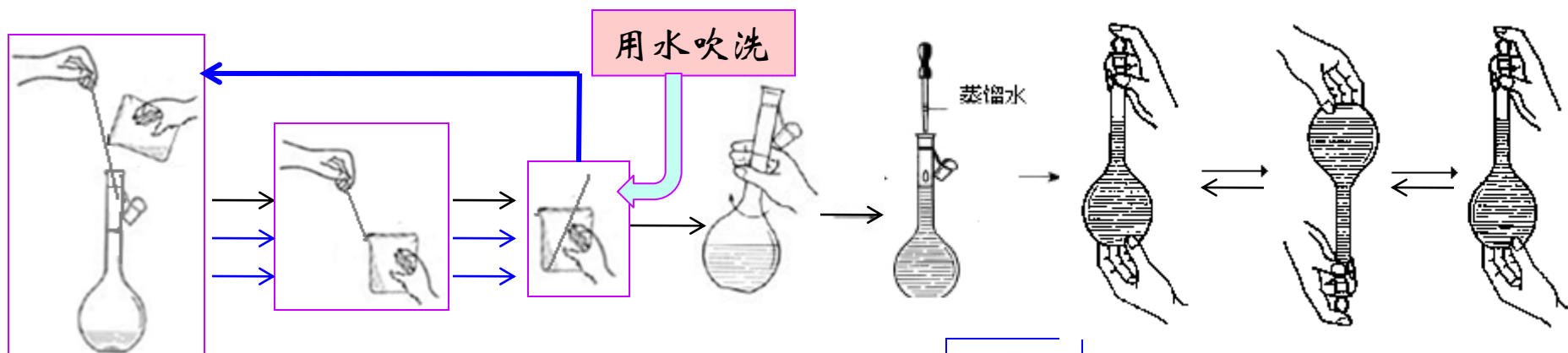
准确称取一定量的蛋壳粉末0.35 ~ 0.40g于小烧杯中，用少量水润湿，小心滴加4 ~ 5 mL 1:1的HCl，待气泡不冒了，用小玻璃棒轻轻搅拌至无粉色粉末并泡沫分散，盖上表面皿（玻璃棒不能取出），置加热板加热至完全溶解（沸腾至有回流并维持一定时间，待液体将烧杯壁的泡沫全部溶下），取下冷却。

注意贴标签

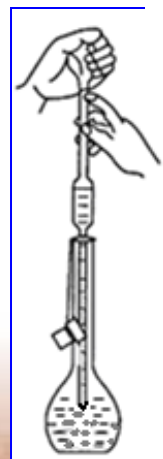




用洗瓶将表面皿上液体冲入烧杯，然后将样品转移至 250 mL 容量瓶，并多次洗涤烧杯且将洗涤液一并转移入容量瓶，慢慢稀释至接近刻度线（若有泡沫，滴加 2~3 滴 95 % 乙醇消泡），滴加水定容，摇匀。



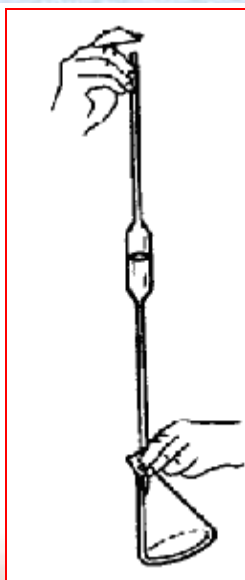
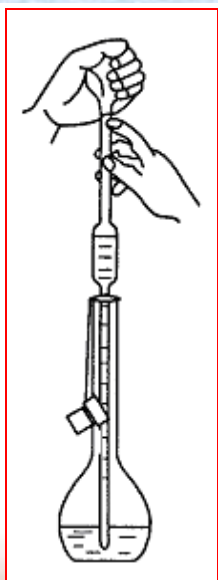
将移液管用所配制的样品溶液润洗三次，备用。





3、测定

准确移取试液25.00 mL于250 mL锥形瓶中，先加蒸馏水20 mL稀释，加1:1三乙醇胺**2mL**，摇匀。再加 $\text{NH}_4\text{Cl-NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 缓冲液10 mL，加K-B指示剂 3滴，用已知浓度的EDTA标准溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色即为终点，记录滴定消耗的EDTA体积数。平行测定3次，用公式计算含 Ca^{2+} 量，以CaO的含量表示。



起始色



过渡色



终点色



四、注意事项

1. 滴加 1:1 HCl 溶液溶解时要慢，以免一开始就产生大量气泡将样品浮起或沾于烧杯壁上影响溶解。
2. HCl 加完后，用小玻棒轻轻搅拌将泡沫分散，否则加热时会使大量泡沫上爬而溢出。
3. 加热至沸腾后，待液体将烧杯壁的泡沫全部溶下后即可取下。
4. 滴定时，注意观察颜色变化，特别是过渡色到终点色的判断。

五、思考题

1. 如何确定蛋壳粉末的称量范围？
2. 蛋壳粉溶解稀释时为何加 95 % 乙醇？
3. 加三乙醇胺的目的是什么？若不加，会出现什么情况？



准备实验： 配制 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液 500 mL

台秤称取 $\sim 12.5\text{g Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 及 $\sim 0.1\text{g Na}_2\text{CO}_3$ 固体于干净的棕色试剂瓶中，加入 500 mL 水，溶解，入柜。



预 习

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液浓度的标定 p59