

《FJA-1 型常规分析仪器工作站》测定水中钙、镁的含量

方建安 张连第

(中科院南京土壤研究所技术服务中心)

一. 概述

钙、镁是水质常规分析的项目之一,已往测定钙、镁多用原子吸收分光光度法或 EDTA 手工滴定法,前者仪器设备复杂昂贵,而后者指示剂终点不易判断。中科院南京土壤研究所技术服务中心研制和生产的《FJA-1 型常规分析仪器工作站》及其配套的光度滴定传感器和应用软件进行光度滴定,自动判断滴定终点和确定终点时滴定剂的耗用量。具有简便、快速、精度高等特点。

二. 主要试剂

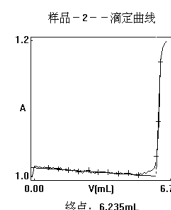
1. EDTA 标准溶液:称取 EDTA 二钠盐(又称乙二胺四乙酸二钠盐, $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$, 分析纯) 3.72g,溶于无二氧化碳水中,并稀释至 1L。用钙或镁标准溶液标定其浓度(用 FJA-1 工作站)。
2. pH10 缓冲溶液:65.7g 氯化铵(NH_4Cl ,分析纯)溶于 400mL 无二氧化碳水中,加 570mL 氨水(NH_4OH , $\rho=0.9g/cm^3$,分析纯),用无二氧化碳水稀释至 1L。
3. 氢氧化钠溶液:160g 氢氧化钠($NaOH$, 分析纯)溶于无二氧化碳水中,并稀释至 1L。
4. 混合指示剂:酸性铬蓝 K($C_{16}H_{10}O_9N_2S_2Na_2$)萘酚绿 B($C_{10}H_{15}N_3Na_3Fe$)与氯化钠($NaCl$, 分析纯)按 0.5:1:50 混合磨细。

三. 仪器设备

1. FJA-1 型光度滴定传感器(中科院南京土壤研究所技术服务中心研制)。
2. FJA-1 型工作站及应用软件(中科院南京土壤研究所技术服务中心研制)。

四. 操作步骤

吸取样品待测液各 25mL 分别于 100 mL 烧杯中,各加 3 滴 1:1 盐酸煮沸赶去二氧化碳(如原溶液为酸性则用氨水调至中性),冷却后其一份加 3.5 mL pH10 缓冲溶液和适量混合指示剂(此时溶液为紫色),放到已插入光度滴定传感器(黄色)及搅拌器的工作站的滴定台上,进行简单的光屏蔽。按操作要求输入各种参数,用 EDTA 标准溶液进行光度滴定,溶液的颜色由紫色变为蓝色,由计算机自动判断滴定终点,并显示滴定曲线和终点的滴定剂体积(V_1),此为钙、镁总量体积,滴定曲线如图所示。另一份加 2 mL 氢氧化钠溶液及适量混合指示剂,用同样的方法进行光度滴定,终点时滴定剂的体积(V_2)为滴钙的体积, $V_1 - V_2$ 为镁体积,从而可计算钙、镁含量。



五. 结果

用 FJA-1 型工作站光度滴定法对水样中钙、镁进行 7 次滴定结果列于下表。

FJA-1 型常规分析仪器工作站滴定钙、镁的结果表

次数	1	2	3	4	5	6	7	X	S _X	CV%
CaMg 总量	6.227	6.240	6.226	6.237	6.239	6.235	6.223	6.232	0.007	0.11
Ca	2.955	2.985	2.964	2.972	2.980	2.961	2.977	2.971	0.011	0.37
Mg	3.272	3.255	3.262	3.265	3.259	3.274	3.246	3.262	0.010	0.3

从表中结果看出, FJA-1 型工作站光度滴定法具有较高的滴定精度,滴定体积在 3-6mL 左右时其标准差为 $\pm 0.007-0.011mL$,变异系数为 0.11-0.37%。

另外其它所有滴定法都有可以用《FJA-1 型常规分析仪器工作站》进行滴定分析。

参考文献:

方建安 方 晖 杨坤玺, 分析化学, 1996, 24 (10), 1233-1236