

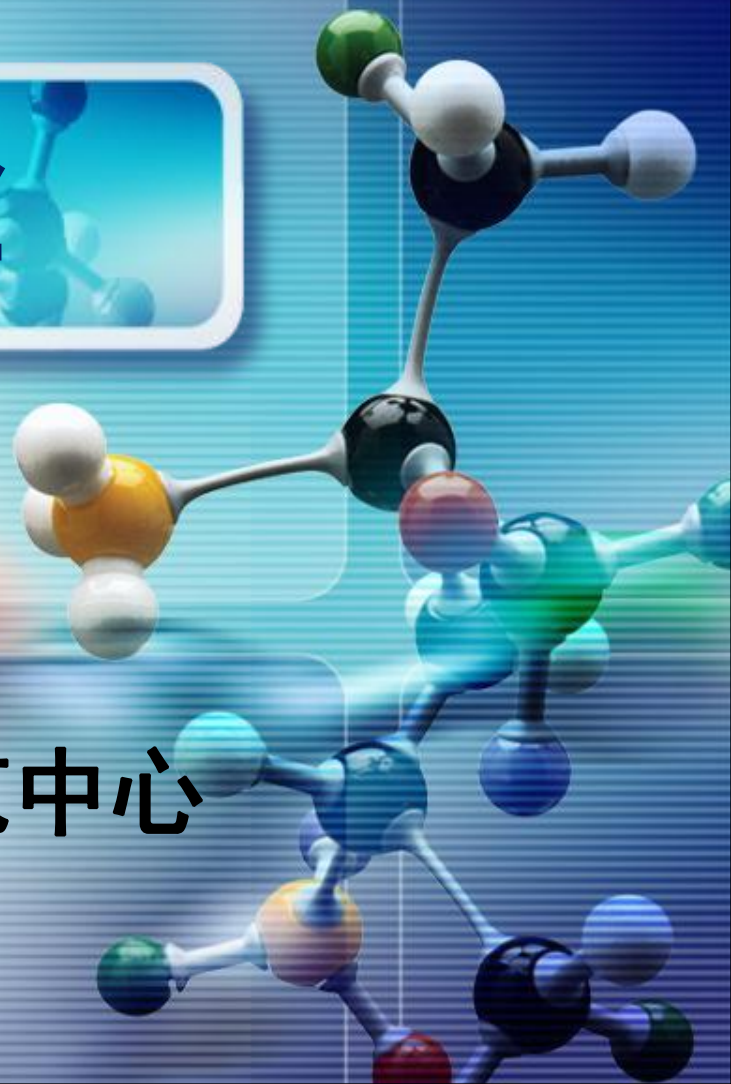


青岛科技大学
Qingdao University of Science & Technology

基础化学实验

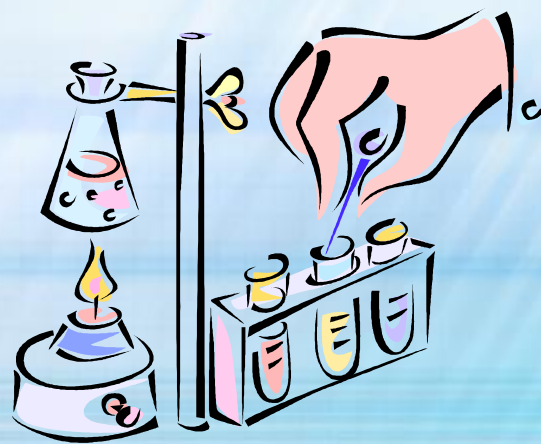
基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心



分析化学实验

胃舒平药片中铝和镁的测定



一、实验目的



1 巩固EDTA的配制与标定方法。

2 掌握配位滴定的原理和配位滴定中返滴定的特点。

3 掌握XO金属指示剂的使用。

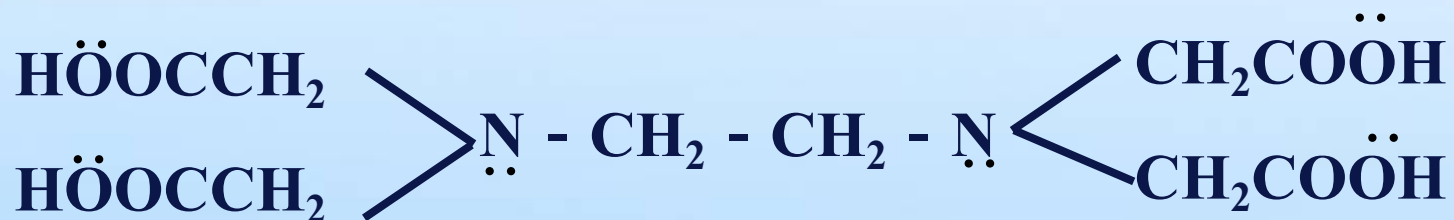
4 了解成品药剂中组分含量测定的前处理方法。

二、实验原理



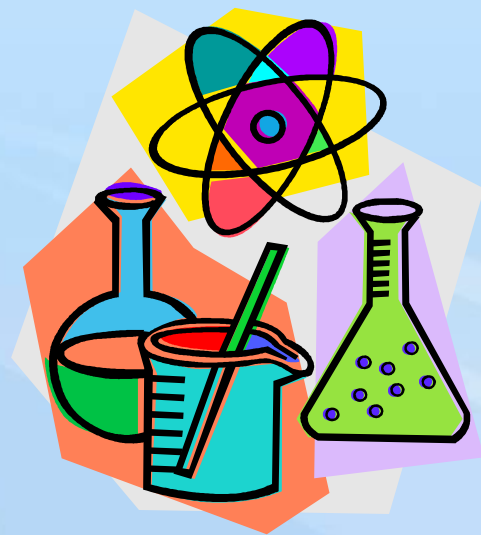
1. EDTA标准溶液的配制与标定

(1) EDTA溶液的配制——间接法



乙二胺四乙酸 (EDTA)

简写为 H_4Y



二、实验原理



(1) EDTA溶液的配制方法——间接法

EDTA难溶于水，常温下溶解度 $0.2 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。常用其二钠盐配制标液，溶解度 $120 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ， $0.3 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 溶液的 $\text{pH}=4.8$

EDTA（以 Y^{4-} ）与大多数金属离子形成1:1的配合物。

二、实验原理



(2) EDTA溶液的标定

基准物质

常用基准物：

Zn、ZnO、
CaCO₃、Bi、Cu、
Hg、Ni、Pb等。

通常选用其中与被测组分相同的物质作基准物，使标定与测定的滴定条件一致，可减小系统误差。

本实验选用：

ZnO



二、实验原理



(2) EDTA溶液的标定



指示剂

pH > 6.3 红色
pH < 6.3 黄色

◆ 金属离子与XO形成的配合物M-XO呈红紫色。

◆ XO只能在pH < 6.3 的酸性溶液中使用。

● XO可以直接滴定的离子：Bi³⁺, Ti²⁺, Zn²⁺, Pb²⁺, Cd²⁺, Hg²⁺及稀土元素离子。

● Fe³⁺, Al³⁺, Ni²⁺, Ti⁴⁺等能使XO封闭。

二、实验原理



(2) EDTA溶液的标定

ZnO为基准物
标定EDTA
(pH=5-6)

滴定前： $XO + Zn^{2+} = Zn - XO$
(黄色) (紫红色)

滴定开始至化学计量点前：

$EDTA + Zn^{2+} = Zn-EDTA$
(无色)

计量点时：

$EDTA + Zn-XO = Zn-EDTA + XO$
(无色) (黄色)

滴定终点：紫红色→黄色



二、实验原理

2. 胃舒平药片中铝和镁的测定



铝和镁含量的测定



配位滴定法测定

不受其它成分的干扰

二、实验原理



2. 胃舒平药片中铝和镁的测定

(1) 测定 Al^{3+} 含量——返滴定法



返滴定法——在试液中先加**一定量**过量的EDTA标准溶液，使待测离子M完全配位，剩余的EDTA再用另一金属离子标准溶液滴定。

二、实验原理

(1) 测定 Al^{3+} 含量——返滴定法

测定出 Al 的含量

$Al^{3+} + EDTA$ (定量, 过量), 加热至沸3min

pH=3-4

- 防止 Al^{3+} 水解, 加速 Al^{3+} 与EDTA配位反应。
- 保证 Al^{3+} 与EDTA定量反应。

冷却, 调pH=5-6

调pH=5-6

使XO正确指示终点, Zn^{2+} 与EDTA反应顺利进行。若一开始就调pH=5-6, 则大量 Al^{3+} 水解, 与EDTA的配位反应难以顺利进行。

用锌标准溶液返滴定剩余的EDTA

以XO为指示剂

二、实验原理

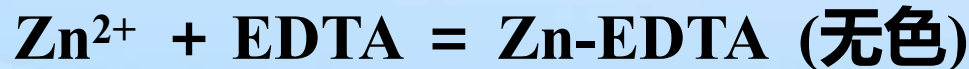


(1) 测定 Al^{3+} 含量——返滴定法

■ 滴定前溶液：

Al-EDTA , 剩余 EDTA , XO ($\text{pH}=5-6$, 黄色)

■ 用锌标准溶液开始滴定至化学计量点前：



溶液： Al-EDTA , 剩余 EDTA , Zn-EDTA , XO (黄色)

■ 计量点时溶液：

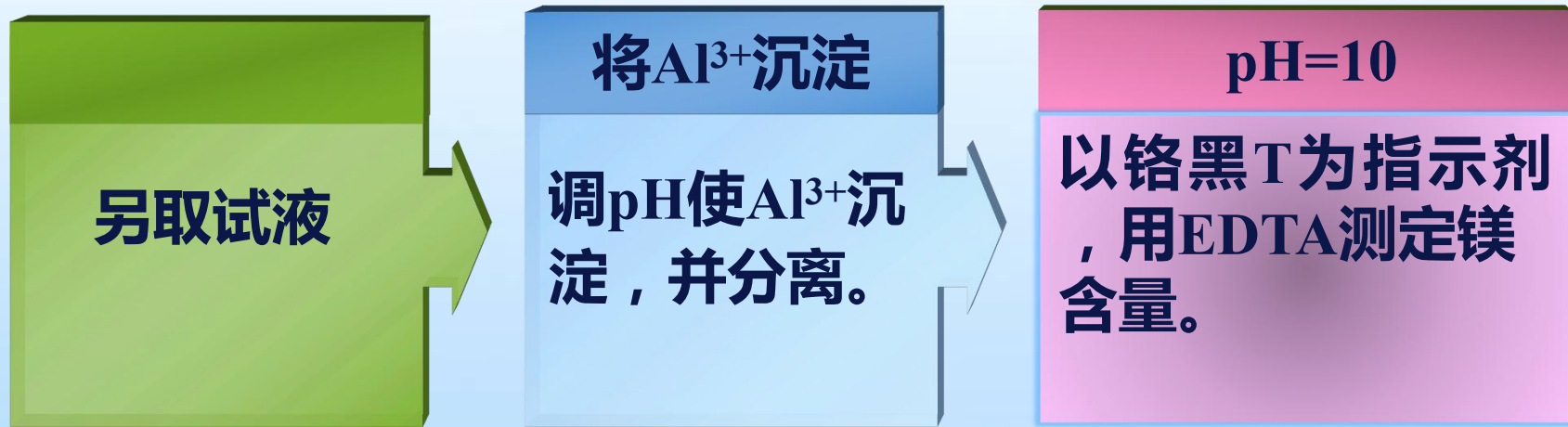
Al-EDTA , Zn-EDTA , Zn-XO (橙色)

滴定终点：黄色→橙色

二、实验原理



(2) 测定 Mg^{2+} 含量——直接滴定法



若滴定允许误差为 $\pm 0.5\%$ ，分步滴定的条件：

$$\frac{C_M K'_{MY}}{C_N K'_{NY}} \geq 10^5$$

滴定金属离子M时，N不干扰。

当 $c_M = c_N$ 时， $\Delta \lg K'_{稳} \geq 5$

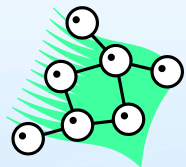
$\lg K'_{AlY} = 16.13$ ， $\lg K'_{MgY} = 8.69$

因此，先测 Al^{3+} ，即使加入过量EDTA， Mg^{2+} 也不与其反应。

三、实验步骤

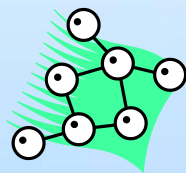


1. $0.02 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ EDTA溶液的配制与标定



配制EDTA溶液(2人一份)

用台秤称EDTA二钠盐6.0g，用水溶解(可微热)，稀释至800mL，摇匀。



配制 Zn^{2+} 标准溶液

1

准确称取 ZnO 基准物0.4~0.6 g于100 mL烧杯中，用少量(1-2滴)去离子水润湿

2

逐滴加入 $6.0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl，边加边搅至完全溶解(呈透明溶液)为止

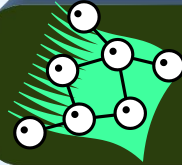
3

用去离子水洗涤表面皿和烧杯内壁，加热近沸，待冷却后定量转入250 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

三、实验步骤



标定EDTA



1

移取25.00 mL 锌标准溶液于 250 mL锥形瓶中，加约20 mL去离子水，2~3滴二甲酚橙指示剂

2

先加1:3氨水至溶液由黄色刚变橙色(不能多加)，然后滴加20%六亚甲基四胺至溶液呈稳定的紫红色后再多加3.0 mL

3

用EDTA溶液滴定至溶液由紫红色突变为亮黄色，即为终点。平行测定2次，计算EDTA的浓度

由滴定管中放出

稳定pH=5-6

三、实验步骤



2. 样品预处理(2人一份)

取“胃舒平”药片20片在研钵中研细，准确称出2.0 g左右药粉于洁净的小烧杯中。

取大样，20片药片研细后所得药粉，可供8名同学实验之用

加入20mL $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl，加去离子水至约40 mL 煮沸。

不宜爆沸，否则溶液发黄

冷却后定量转入250 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，静置，即为试液。二人共用。

放置越久，上清液与浑浊部分分离效果越好

三、实验步骤



3. Al^{3+} 的测定



准确移取上述清液5.00 mL于250 mL锥形瓶中，加水至25 mL左右，**准确**加入EDTA标准溶液25.00 mL，摇匀。

用移液管时，只能吸不能吹，一次成功。



加入2滴二甲酚橙，滴加1:3氨水至溶液**恰好**成紫红色，滴加2滴 $6.0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl，将溶液煮沸3 min左右，冷却后再加入10 mL 20% 六亚甲基四胺，使溶液pH为**5~6**，补加2滴二甲酚橙，



用**锌标准溶液**滴定至溶液由**黄色突变为橙色**。根据EDTA标准溶液的加入量与锌标准溶液消耗的体积，计算铝含量，平行测定2次，以 $\text{Al}_2\text{O}_3\%$ 表示(用 $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 表示)。

三、实验步骤



4. Mg^{2+} 的测定

- Al^{3+} 的存在会封闭EBT，干扰 Mg^{2+} 的测定，所以应分离除去 Al^{3+} ，余下少量 Al^{3+} 加掩蔽剂掩蔽。
- 温热使 Al^{3+} 完全沉淀，过滤除去 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 。
- 指示剂：铬黑T
- 滴定终点：酒红色突变为蓝色。
- 应先加三乙醇胺掩蔽 Al^{3+} ，再加氨缓冲溶液。

四、数据记录与处理



1. EDTA溶液的标定

表1 0.02 mol·L⁻¹ EDTA溶液的标定 (ZnO为基准物)

实验编号	I	II	III
$m(\text{ZnO})/\text{g}$			
$V(\text{ZnO溶液})/\text{mL}$			
EDTA溶液终读数/mL			
EDTA溶液初读数/mL			
$V(\text{EDTA})/\text{mL}$			
$c(\text{EDTA})/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$			
$\bar{c}_{(\text{EDTA})} / \text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$			
绝对偏差			
相对平均偏差 (%)			

$$c_{\text{EDTA}} = \frac{m_{\text{ZnO}} \times (25.00 / 250.00)}{M_{\text{ZnO}} \cdot V_{\text{EDTA}}} \times 10^3 \quad M_{\text{ZnO}} = 81.38$$

2. “胃舒平”药片中 Al^{3+} 、 Mg^{2+} 含量的测定



表2 “胃舒平”药片中 Al^{3+} 、 Mg^{2+} 含量的测定

实验编号	I	II
$m(\text{胃舒平})/\text{g}$		
$V(\text{胃舒平试液})/\text{mL}$		
$c(\text{EDTA})/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$		
$V(\text{EDTA})/\text{mL}$		
$V(\text{锌标准溶液})\text{终读数}/\text{mL}$		
$V(\text{锌标准溶液})\text{初读数}/\text{mL}$		
$V(\text{锌标准溶液})/\text{mL}$		
$w(\text{Al}_2\text{O}_3)/\%$	$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{1}{2} \frac{[(cV)_{\text{EDTA}} - (cV)_{\text{Zn标液}}] \times 10^{-3} \times M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{m_s \times 5.00/250.00} \times 100\%$	
$W_{\text{Al}_2\text{O}_3} / \%$		
$V(\text{胃舒平试液})/\text{mL}$		
$V(\text{EDTA})\text{终读数}/\text{mL}$		
$V(\text{EDTA})\text{初读数}/\text{mL}$		
$V(\text{EDTA})/\text{mL}$		
$w(\text{MgO})/\%$	$w_{\text{MgO}} = \frac{(cV)_{\text{EDTA}} \times 10^{-3} \times M_{\text{MgO}}}{m_s \times 25.00/250.00} \times 100\%$	
$W_{\text{MgO}} / \%$		

$$M_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 101.96$$

$$M_{\text{MgO}} = 40.30$$

五、思考题



1. 实验中为什么要称取大样混匀后再取小部分试样进行测定？
2. 在测定铝时为什么不采用直接滴定法？
3. 在测定镁时为什么要加入三乙醇胺溶液？
4. 采用掩蔽铝的方法测定镁，可选择哪些物质作掩蔽剂？
如何控制条件？





注意：

1. 为节省实验时间，实验顺序可以调整为：

(1) 样品预处理，试液静置；(2) 准备镁测定，沉淀 Al^{3+} ，过滤；
(3) 配制EDTA溶液；(4) 准备锌标准溶液；(5) 标定EDTA；(6) 返滴定法测定Al含量；(7) 测定Mg含量

2. Al^{3+} 测定时采用返滴定法，滴定时使用两支滴定管，勿混淆。

3. ZnO 不如碳酸钙容易溶于酸且不会飞溅， ZnO 完全溶解较困难，因此加酸前只能加少量(2-3滴)水润湿或不加水。

Thank You !

