



青島科技大學

Qingdao University of Science & Technology

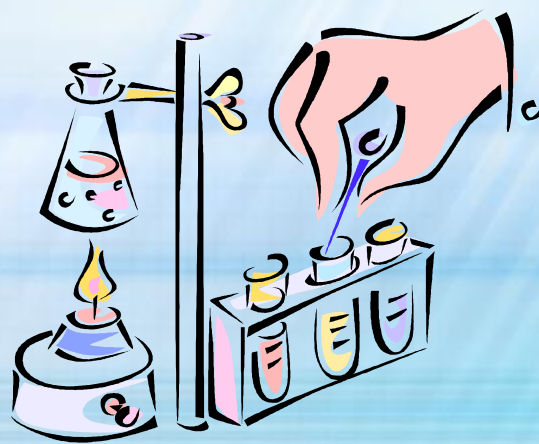
# 基础化学实验

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心



# 胃舒平药片中铝和镁的测定



1 巩固EDTA的配制与标定方法

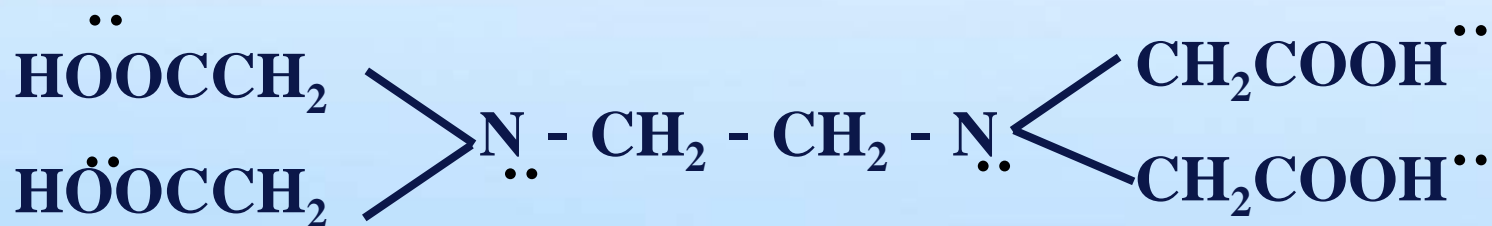
2 掌握配位滴定的原理和配位滴定中返滴定的特点

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

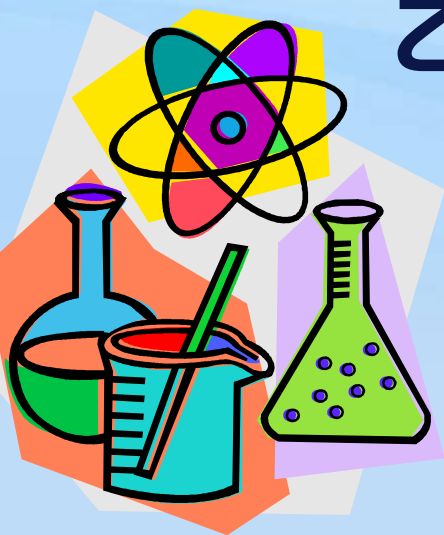
## 1. EDTA 标准溶液的配制与标定

### (1) EDTA 溶液的配制——间接法



乙二胺四乙酸 ( EDTA )

简写为  $\text{H}_4\text{Y}$



## EDTA溶液的配制方法——间接法

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

EDTA（以 $\text{Y}^{4-}$ ）与大多数金属离子形成1:1的配合物。

## (2) EDTA溶液的标定

### 基准物

常用基准物：

Zn、ZnO、  
CaCO<sub>3</sub>、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



# 指示剂



pH >6.3 红色  
pH <6.3 黄色

- ◆ XO只能在pH <6.3 的酸性溶液中使用。
- ◆ 金属离子与XO形成的配合物M-XO呈红紫色。

- XO可以直接滴定的离子：Bi<sup>2+</sup>, Ti<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, Hg<sup>2+</sup>及稀土元素离子。
- Fe<sup>3+</sup>, Al<sup>3+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Ti<sup>4+</sup>等能使XO封闭。

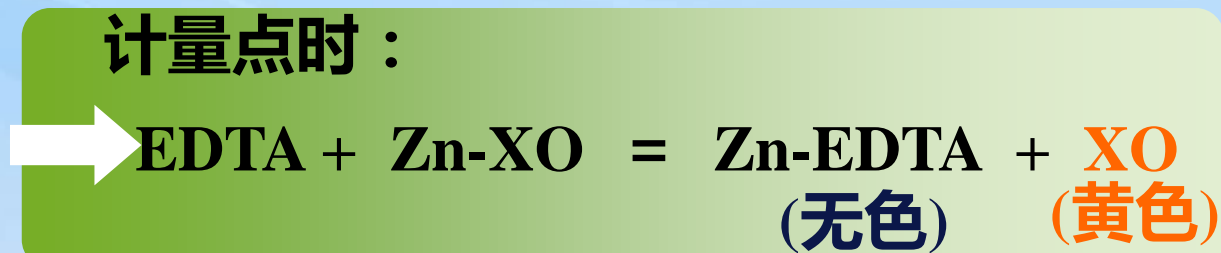
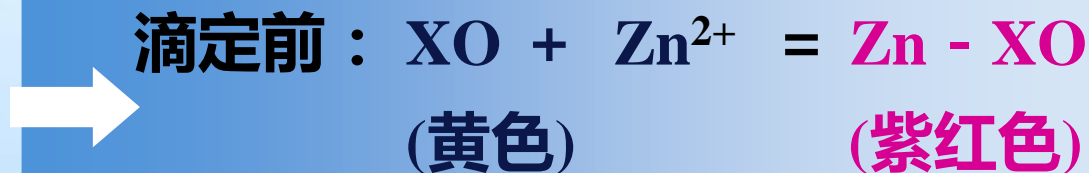


**指示剂：XO**

**作用原理：**

**以ZnO为基准物  
标定EDTA为例**

**pH=5-6时**



**滴定终点：紫红色→黄色**



## 2. 胃舒平药片中铝和镁的测定

氢氧化铝

胃舒平

三硅酸镁

少量重要颠茄流浸膏



铝和镁含量的测定



配位滴定法测定



不受其它成份的干扰

# (1)测定 $\text{Al}^{3+}$ 含量——返滴定法

## 返滴定法

$\text{Al}^{3+}$ 和EDTA反应速度慢

加热及EDTA过量才能使反应完全

pH=5-6时形成 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 沉淀，对测定不利。

$\text{Al}^{3+}$ 在pH=4.1时开始水解影响滴定，应控制酸度pH=3.5。

$\text{Al}^{3+}$ 能使XO封闭

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

测定出Al的含量

Al<sup>3+</sup>+ EDTA(过量), 加热至沸  
3min

pH=3-4

防止Al<sup>3+</sup>水解,  
加速Al<sup>3+</sup>与EDTA  
配位反应

冷却, 调pH=5-6

调pH=5-6

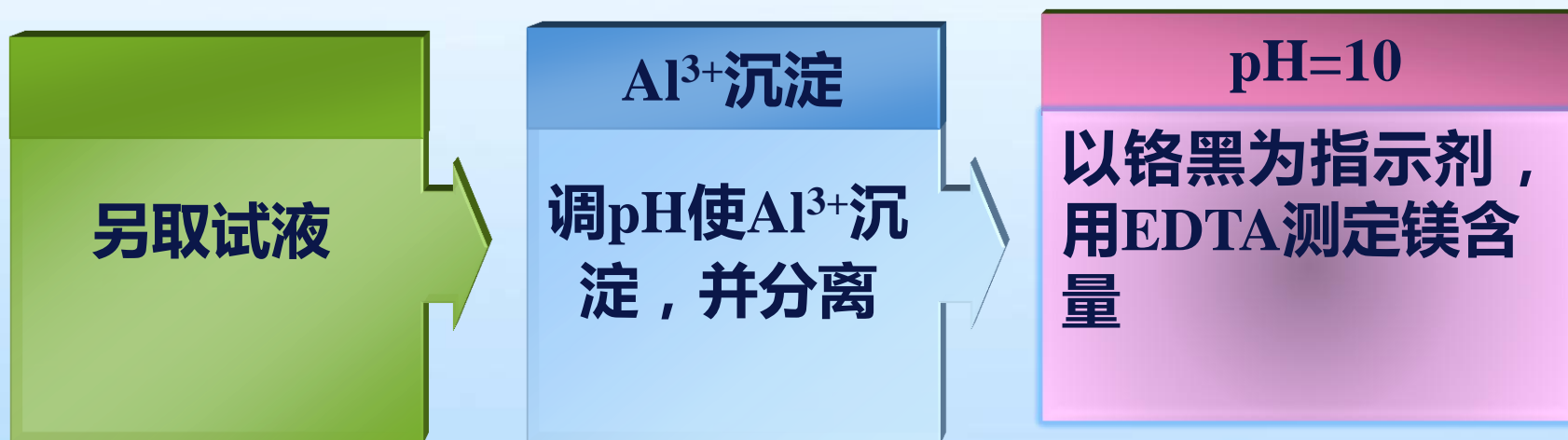
(1)保证Al<sup>3+</sup>与  
EDTA定量反应

用锌标准溶液  
返滴定过量的  
EDTA

以XO为指示剂

(2)使XO正确指示终点,  
使Zn<sup>2+</sup>与EDTA反应顺利  
进行若一开始就调pH=5-6,  
则大量Al<sup>3+</sup>水解,与EDTA  
的配位反应难以顺利进行

## (2) 测定 $Mg^{2+}$ 含量——直接滴定法



分步滴定的条件：

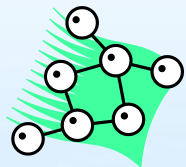
$$\frac{C_M K_{MY}}{C_N K'_{NY}} \geq 10^5$$

滴M时，N不影响。

$$\lg K_{AlY} = 16.13, \quad \lg K_{MgY} = 8.69$$

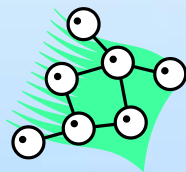
因此，先测  $Al^{3+}$ ，即使加入过量EDTA， $Mg^{2+}$ 也不与其反应。

## 1. $0.02 \text{ mol L}^{-1}$ 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 $\text{Zn}^{2+}$ 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  $6.0 \text{ mol L}^{-1}$  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。



# 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

由滴定管中放出

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

稳定pH=5-6

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



## 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80-100mL **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

### 3. $\text{Al}^{3+}$ 的测定

1

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 $0.02000 \text{ mol L}^{-1}$  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

2

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 $6.0 \text{ mol L}^{-1}$  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，

3

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)。





## 4. $\text{Mg}^{2+}$ 的测定

$\text{Al}^{3+}$ 的存在会封闭EBT，干扰 $\text{Mg}^{2+}$ 的测定，所以应分离出去 $\text{Al}^{3+}$ ，余下少量 $\text{Al}^{3+}$ 加掩蔽剂掩蔽。

另取上清液25.00 mL于100 mL小烧杯中，滴加1:1氨水至溶液刚好出现沉淀，再滴加 $6.0 \text{ mol L}^{-1}$  HCl溶液至沉淀恰好溶解。加入 $\text{NH}_4\text{Cl}(\text{s})$  0.8 g，溶解后，滴加20% 六亚甲基四胺至沉淀出现后，再过量6 mL。加热至 $80^\circ\text{C}$ 并维持此温度10~15 min。冷却后**过滤**，并用少量去离子水分次洗涤沉淀。

收集滤液及洗涤液于250 mL锥形瓶中，加入4 mL 1:2三乙醇胺溶液，4 mL  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}-\text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液、1~2滴铬黑T指示剂，用EDTA标准溶液滴定至溶液由**暗红色突变为蓝绿色**即为终点。平行测定2次，计算镁含量，以 $\text{MgO}\%$ 表示。

1

温热使 $\text{Al}^{3+}$ 完全沉淀

2

$\text{Al}(\text{OH})_3$ 沉淀为絮状沉淀，不易动作过大

3

加入三乙醇胺掩蔽 $\text{Al}^{3+}$ ，应先加三乙醇胺，再加氨缓冲溶液

## 1. EDTA溶液的标定

表1 0.02 mol L<sup>-1</sup> EDTA溶液的标定 (ZnO为基准物)

实验编号	I	II	III
m(ZnO)/g			
V(ZnO溶液)/mL			
EDTA溶液终读数/mL			
EDTA溶液初读数/mL			
V(EDTA)/mL			
c(EDTA)/ mol L <sup>-1</sup>			
(EDTA)/ mol L <sup>-1</sup>			
绝对偏差			
相对平均偏差 (%)			

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

## 2. “胃舒平”药片中 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 含量的测定

表2 “胃舒平”药片中 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 含量的测定

实验编号	I	II
m(胃舒平)/g		
V(胃舒平试液)/mL		
c(EDTA)/mol L <sup>-1</sup>		
V(EDTA)/mL		
V(锌标准溶液)终读数/mL		
V(锌标准溶液)初读数/mL		
V(锌标准溶液)/mL		
w( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )/%		
( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )/%		
V(胃舒平试液)/mL		
V(EDTA)终读数/mL		
V(EDTA)初读数/mL		
V(EDTA)/mL		
w(MgO)/%		
w(MgO)/%		

$$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{\frac{1}{2}[(cV)_{\text{EDTA}} - (cV)_{\text{Zn溶液}}] \times 10^{-3} \times M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{m_s \times 5.00 / 250.00} \times 100\% \quad M_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 101.96$$

$$w_{\text{MgO}} = \frac{(cV)_{\text{EDTA}} \times 10^{-3} \times M_{\text{MgO}}}{m_s \times 25.00 / 250.00} \times 100\% \quad M_{\text{MgO}} = 40.30$$

# 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？





## 备注：

1.为节省实验时间，实验顺序可以调准为：

(1)药品预处理,容量瓶静置；(2)EDTA配制；(3)锌溶液准备；  
(4)标定EDTA；(5)准备镁测定，沉淀 $\text{Al}^{3+}$ ，过滤；  
(6)返滴定法测定Al含量；(7)测定Mg含量

2. $\text{Al}^{3+}$ 测定时采用返滴定法，滴定时使用两只滴定管，勿混淆。

3. $\text{ZnO}$ 不如碳酸钙容易溶于酸且不会飞溅， $\text{ZnO}$ 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 !

山东省省级实验教学示范中心

