

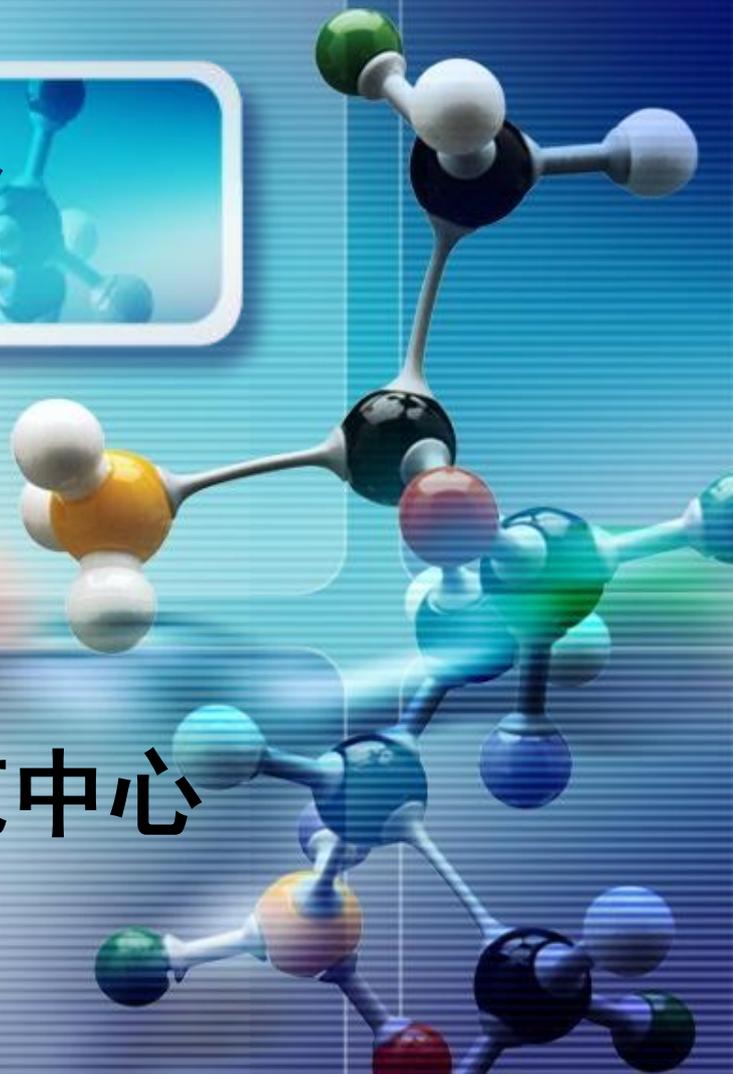


青岛科技大学  
Qingdao University of Science & Technology

# 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

# ——EDTA标准溶液的配制和标定 及水硬度的测定



# 一、实验目的

★ 学习EDTA标准溶液的配制和标定方法。

★ 掌握配位滴定的原理，了解配位滴定的特点。

★ 掌握铬黑T和钙指示剂的应用，了解金属指示剂的特点。

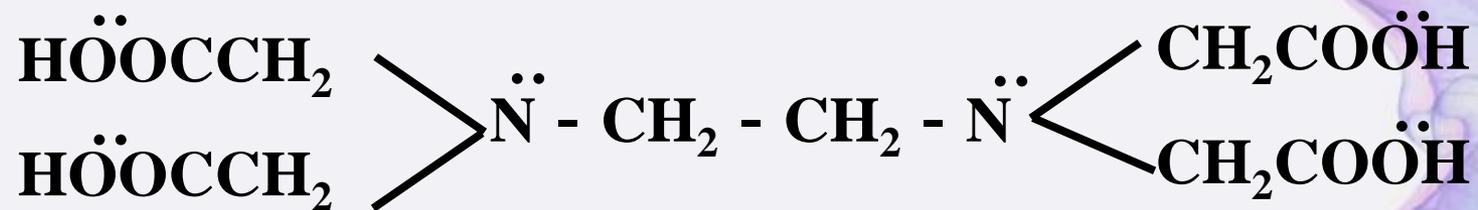
★ 了解水硬度的测定意义和常用硬度表示方法。

★ 掌握EDTA配位滴定法测定水的硬度的原理和方法。

## 二、实验原理

### 1. EDTA标准溶液的配制—间接法

乙二胺四乙酸 (EDTA) 简写为H<sub>4</sub>Y



- ① EDTA难溶于水，常用其二钠盐配制标液。
- ② EDTA（以Y<sup>4-</sup>）与大多数金属离子形成1:1的配合物（MY）。
- ③ MY非常稳定。

## 二、实验原理

### 2. EDTA标准溶液的标定

(1) 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物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：CaCO<sub>3</sub>



## 二、实验原理

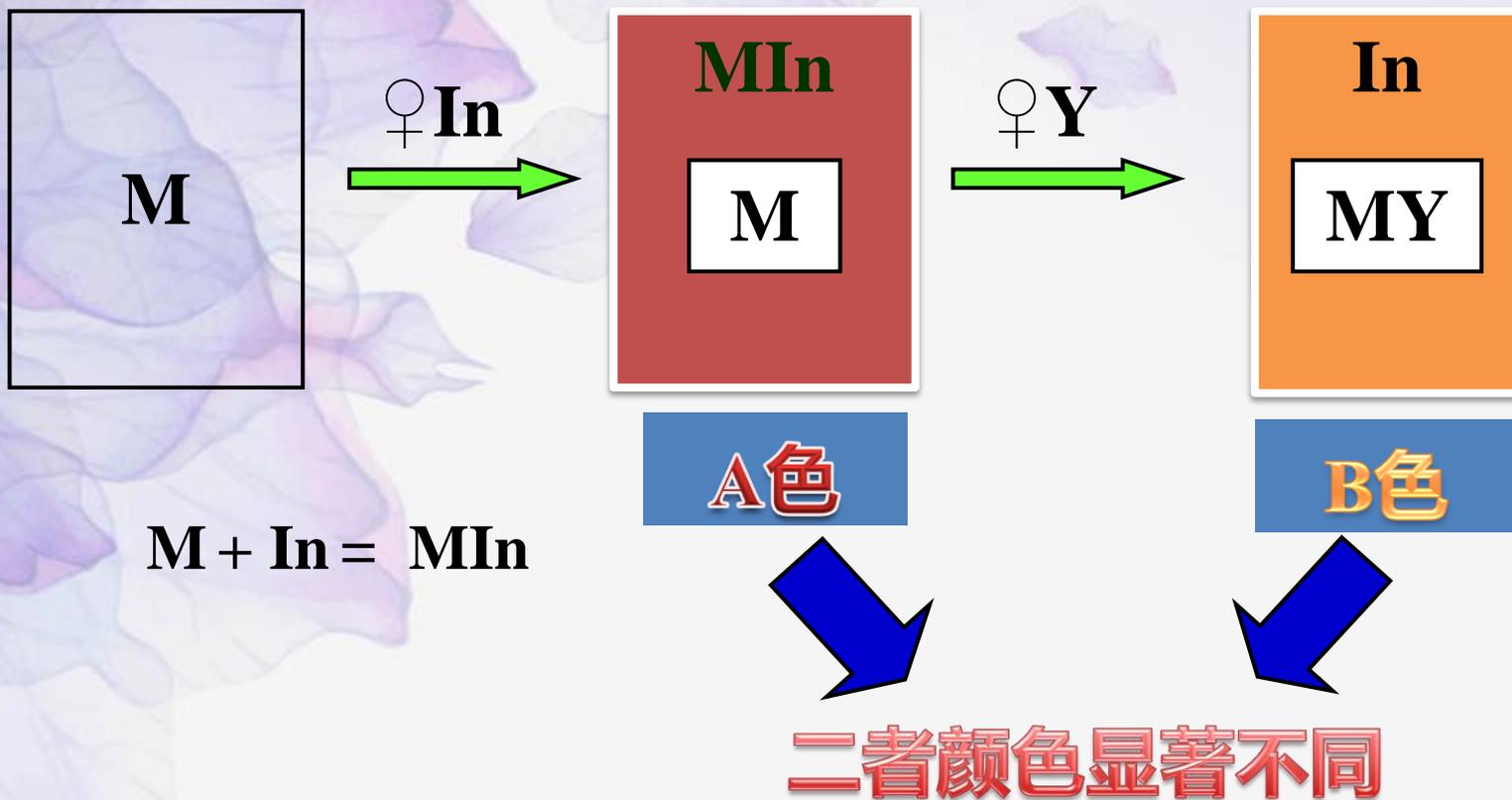
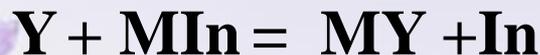
### 2. EDTA标准溶液的标定

- EDTA溶液若用于测定Ca、Mg的含量，用**碳酸钙**为基准物，首先加HCl溶液，反应后将溶液转移到容量瓶中，定容，摇匀，制成**钙标准溶液**；
- 准确移取一定量钙标准溶液，调节酸度至**pH  $\geq 12$** ，
- 用钙指示剂，以EDTA溶液滴定至溶液由**酒红色**突变为**纯蓝色**，即为终点。

# 二、实验原理

## 2. EDTA标准溶液的标定

### (2) 金属指示剂的作用原理



# 二、实验原理

## 2. EDTA标准溶液的标定

钙指示剂 ( NN ) : 用NaCl为稀释剂以1:100配成固体试剂。

pH < 8  
紫色

pH 8 ~ 13  
蓝色

pH > 13  
酒红色

pH = 12 ~ 13  
M-NN

pH ≈ 12 ~ 13 (强碱性介质条件) , 酒红 → 纯蓝

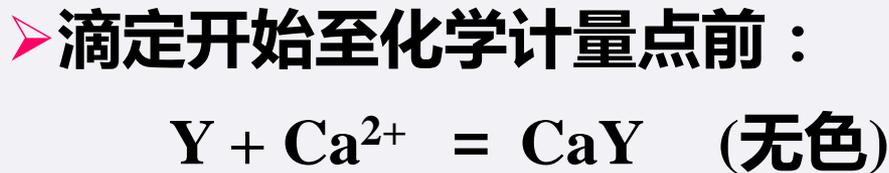
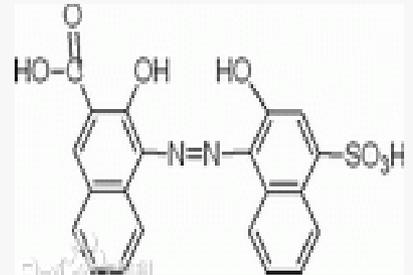


# 二、实验原理

## 2. EDTA标准溶液的标定



钙指示剂:



由于CaY比Ca-NN更稳定，  
所以Ca-NN不断转化为CaY。

➤ 计量点时：



滴定终点：酒红色 → 纯蓝色

# 二、实验原理

## 2. EDTA标准溶液的标定

✓ 镁溶液：

$\text{pH} \geq 12$ 时， $\text{Mg} \rightarrow \text{Mg}(\text{OH})_2 \downarrow$

- 若有 $\text{Mg}^{2+}$ 共存，不仅不干扰钙的测定，而且终点比 $\text{Ca}^{2+}$ 单独存在时更敏锐。
- 当 $\text{Mg}^{2+}$ ， $\text{Ca}^{2+}$ 共存时，终点由酒红色到纯蓝色，当 $\text{Ca}^{2+}$ 单独存在时由酒红色到紫蓝色。

所以测定单独存在的 $\text{Ca}^{2+}$ 时，常加入少量 $\text{Mg}^{2+}$ 。

✓ 滴定中所用的水，应不含 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 等。



## 二、实验原理

### 3. 水硬度的测定

- ▶ 由钙、镁离子形成的硬度称**总硬**。由钙离子形成的硬度称为“**钙硬**”，由镁离子形成的硬度称为“**镁硬**”。
- ▶  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 是自来水中的主要金属离子，通常以钙镁含量来表示水的硬度。
- ▶ 本书采用的水的硬度的表示方法：以度（°）计，1硬度单位表示十万份水中含1份CaO， $1^\circ = 10 \text{ ppm}$

$$\text{硬度 } (^\circ) = \frac{c_{EDTA} \cdot V_{EDTA} \cdot M_{CaO} \times 10^{-3}}{V_{H_2O}} \times 10^5$$

## 二、实验原理

### 3. 水硬度的测定

铬黑T指示剂 (EBT) :



pH < 6

红色

pH 8 ~ 11

蓝色

pH > 12

橙 色

M-EBT

酒红色

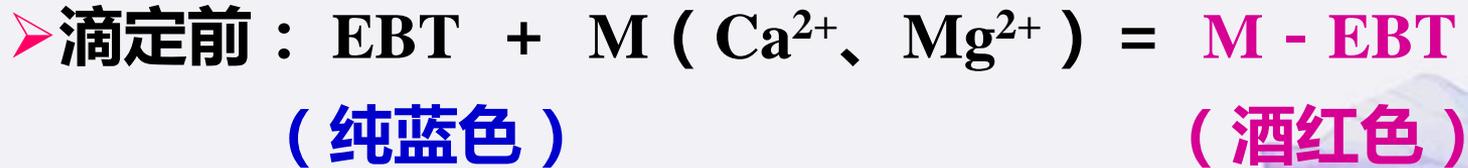
EBT适宜pH 8 ~ 11 , 通常pH ≈ 10

( 用NH<sub>3</sub>-NH<sub>4</sub>Cl缓冲溶液 )



## 二、实验原理

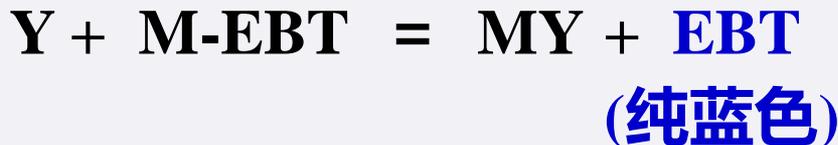
测总硬（指示剂为EBT）：



➤ 滴定开始至化学计量点前：



➤ 计量点时：



滴定终点：酒红色→纯蓝色

EBT水溶液不稳定，加入三乙醇胺，（1）掩蔽 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 防止产生指示剂的封闭现象；（2）酸性条件下，可防止EBT聚合。碱性条件下，EBT水溶液易氧化，常加入盐酸羟胺防止氧化。

# 三、实验步骤

## 1. $0.02 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ EDTA溶液的配制 ( 配800mL )

注意：

- ① 用台秤称EDTA二钠盐6.1g    ② 可微热使完全溶解    ③ 摇匀

## 2. 以 $\text{CaCO}_3$ 为基准物标定EDTA溶液

- 准确称取0.5-0.6 g  $\text{CaCO}_3$
- 以HCl 溶液溶解 $\text{CaCO}_3$  操作应小心仔细，不可使 $\text{Ca}^{2+}$ 损失
- 标定需加入镁溶液，使终点变色更敏锐
- $\text{pH} \geq 12$  ( 加入10% NaOH溶液控制 )
- 指示剂：钙指示剂
- 配位滴定速度不可太快，尤其近终点时逐滴加入

# 三、实验步骤

## 3. 总硬的测定

用 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲液控制 $\text{pH}\approx 10$

指示剂：铬黑T

**注意：**

- ①用移液管移取 **10.00 mL** 水样。
- ②指示剂的加入量需适当，对终点观察十分重要。
- ③配位反应速度较慢，因此滴定时加入EDTA溶液速度不能太快，特别是近终点时，应逐滴加入，并充分振摇。
- ④终点颜色的**突变**。
- ⑤加入EBT指示剂后，应尽快完成滴定，临近终点，应**放慢滴速**，最好每隔2-3 s滴1滴，并**充分振摇**。

# 四、数据记录与处理

## 1. EDTA溶液的标定

表1 0.02 mol L<sup>-1</sup> EDTA溶液的标定 ( CaCO<sub>3</sub>为基准物质 )

实验编号	I	II	III
$m(\text{CaCO}_3)/\text{g}$			
$V(\text{CaCO}_3\text{溶液})/\text{mL}$			
EDTA溶液终读数/mL			
EDTA溶液初读数/mL			
$V_{(\text{EDTA})}/\text{mL}$			
$c_{(\text{EDTA})}/\text{mol L}^{-1}$			
$\bar{c}(\text{EDTA})/\text{mol L}^{-1}$			
绝对偏差			
相对平均偏差 /%			

$$c_{\text{EDTA}} = \frac{m_{\text{CaCO}_3} \cdot (25.00 / 250.00)}{M_{\text{CaCO}_3} \cdot V_{\text{EDTA}}} \times 10^3 \quad M_{\text{CaCO}_3} = 100.09$$

# 四、数据记录与处理

## 2.水的总硬的测定

表2 水的总硬测定

实验编号	I	II
V(水样)/ mL		
$c_{(EDTA)}/\text{mol L}^{-1}$		
EDTA溶液终读数/mL		
EDTA溶液初读数/mL		
$V_{(EDTA)}/\text{mL}$		
总硬度/°		
总硬度平均值/°		

$$\text{总硬度 } (^{\circ}) = \frac{c_{EDTA} \cdot V_{EDTA} \cdot M_{CaO} \times 10^{-3}}{V_{\text{水样}}} \times 10^5 \quad M_{CaO} = 56.08$$

# 五、思考题

1

- 用EDTA法测水的总硬时pH应控制在什么范围?如何控制?

2

- 如何得到镁硬的结果?

3

- 用EDTA法测定水的硬度时，哪些离子的存在有干扰?如何消除?

4

- 当水样中 $Mg^{2+}$ 离子含量低时，以铬黑T作指示剂测定水中 $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$ 离子总量，终点不明晰，因此常在水样中先加少量 $MgY^{2-}$ 络合物，再用EDTA滴定，终点就敏锐。这样做对测定结果有无影响?说明其原理。

**Thanks for  
Your Attention!**

