

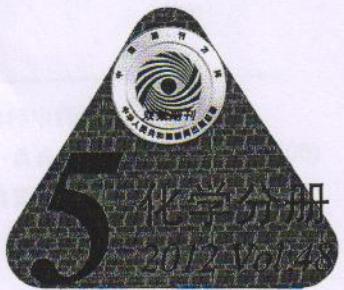


ISSN 1001-4020
CN 31-1337/TB

理化检验

PHYSICAL TESTING AND CHEMICAL ANALYSIS PART B: CHEMICAL ANALYSIS

上海材料研究所主办 中国机械工程学会理化检验分会会刊



SPECTRO

SPECTRO TEST 便携式光谱仪

SPECTRO TEST便携式光谱仪可在现场对各种金属材料进行精确定量分析和牌号鉴别。广泛用于钢铁、有色金属加工、航空航天、机械、电力、石化、造船、管道、阀门、特种设备、压力容器制造与检验等众多领域。

- 全新设计的铝合金仪器外壳，坚固美观
- 全数字等离子体激发光源，使激发参数准确、可控、更加稳定
- 全新的含UV光室激发枪，可分析钢中的C、P、S、B、Sn、As、N元素，且可在电弧光源下对钢材进行快速鉴别
- 采用电弧光源，2s即可对钢中的碳元素进行鉴别
- 仪器电池容量更大，可在无电源条件下分析更多样品

德国斯派克分析仪器公司

北京办事处

地 址：北京市朝阳区酒仙桥路10号
京东方大厦(B10)二层西侧
邮 编：100015
电 话：(010)85262111
传 真：(010)85262338
E-mail:spectro-china.sales@ametek.com.cn

上海办事处

地 址：上海市外高桥保税区富特北路460号
第1层A部位
邮 编：200131
电 话：(021)58685111
传 真：(021)58660969
E-mail: spectro-china.sales@ametek.com.cn

广州办事处

地 址：广州市建设六马路33号
宜安广场1412室
邮 编：510060
电 话：020-83634768
传 真：020-83633701
E-mail: spectro-china.info@ametek.com.cn

成都办事处

地 址：成都市锦悦西路236号高新孵化园9号
楼F座10楼9-10号
邮编：610041
电 话：(028)86758111
传 真：(028)86758141
E-mail: spectro-china.sales@ametek.com.cn

全国中文核心期刊
上海市优秀科技期刊
国家机械行业优秀期刊
中国期刊方阵中双效期刊
中国科技论文统计源期刊
美国《CA》千种表收录期刊
美国Ei Page One数据库收录期刊

理化检验

LISHU JIANYAN HUAXUE FENXI

化学 分册

月刊 公开发行
1963年创刊

第48卷第5期
2012年5月18日出版

中国标准连续出版物号
ISSN 1001-4020
CN 31-1337/TB

主管
中科院
主办
上海材料研究所

出版
《理化检验—化学分册》编辑部
上海市邯郸路99号 邮编：200437
电话：(021) 65556775 ×263
传真：(021) 65554911
投稿网址：www.mat-test.com
E-mail: hx@mat-test.com

主编
吴萍
副主编
李万芳(常务) 马冲先 沈虹 胡勇平
顾问
吴雪飞
本期责任编辑
吴萍

广告代理
上海华亿展览广告有限公司
上海市邯郸路99号 邮编：200437
电话：(021) 65558944
传真：(021) 65557441
联系主管：季保卫
经营许可证号：3101094000060

发行范围
国内发行
上海子报局发行局
国内订阅
上海各邮局(所)
邮局代号：4-182
零售价：15.00元
国外发行
上海图书贸易总公司
国外信箱 邮编：100044
国外代号：M6630

目次

CONTENTS

试验与研究

- 纳米二氧化铈分离富集-分光光度法测定环境水样中铬(VI)量 孟庆玲, 尹贻东, 范乃英, 等(505)
- 能量色散X射线荧光光谱法分析金元时代的钧窑瓷器 徐承泰, 李清临(508)
- 碳糊电极阴极溶出伏安法测定当归中阿魏酸 牛亚楠, 龙宁, 朱明芳, 等(512)
- 基于主判别变量法的近红外光谱STR基因分型专家系统 张斌, 鲁辉, 汪雪娇, 等(516)

工作简报

- 针式萃取-气相色谱联用测定加油站附近空气中苯系物 娄大伟, 孙秀云, 任红, 等(521)
- 超声辐照水体系下羟基自由基的检测 洪喆, 付朝阳(524)
- 气相色谱法测定染发剂中13种染料及杂质 朱然, 张旭龙, 王吉德, 等(526)
- β-丙氨酸-银复合膜修饰电极用于循环伏安法测定对乙酰氨基酚 王朝霞, 陈美凤, 马心英(530)
- 气相色谱-串联质谱法测定生姜中25种农药残留量 易盛国, 侯雪, 韩梅, 等(534)
- 自动电位滴定法同时测定脱硫浆液中钙和钙镁总量 宋晓红, 高姗(538)
- 烘箱消解-镉铜还原法测定地表水中总氮 胡志军, 谈俊, 陈建秋(540)
- 高效液相色谱法测定水产品中7种兽药残留量 孟勇, 张美琴, 王静, 等(543)
- 浊点萃取-火焰原子吸收光谱法测定菠菜中镁、锌和铜 李丽华, 张金生, 李艳南, 等(547)
- 顶空固相微萃取-气相色谱-质谱法测定饮用水源水中1,3,5-三氯苯 赖永忠(550)
- 基于化学模式识别的大蒜傅里叶变换红外光谱指纹图谱多样性 关明, 李晓静, 郭勇, 等(552)
- 热裂解气相色谱-质谱法测定葡萄干提取物的热裂解产物 赵国玲, 杨华武, 卢红兵, 等(556)
- 超声辅助液液萃取-气相色谱-质谱指纹图谱应用于烟用香精香料的检测 杨君, 蒋健, 王军淋, 等(559)
- 新型电聚合交联聚苯胺电化学传感器的研制及其在抗坏血酸测定中的应用 刘艳, 陈少珠(563)
- 气相色谱法同时测定甲醇中共存杂质和微量芳烃 曹喜焕, 张永夏, 宋乐林, 等(567)
- 圆盘膜萃取-气相色谱-质谱法同时测定水中16种酞酸酯类化合物 王丽杰, 孙国清, 平笙(570)

工作简报

自动电位滴定法同时测定脱硫浆液中钙和钙镁总量

宋晓红, 高 姗

(河北省电力研究院, 石家庄 050021)

摘要:采用自动电位滴定法,在 pH 10 的氨-氯化铵缓冲溶液中,用 EDTA 标准溶液作为滴定剂,同时测定脱硫浆液中钙和钙镁总量。方法用于测定脱硫浆液中钙和镁的含量,镁的回收率在 98.2%~100.4% 之间,相对标准偏差($n=5$)为 0.48%~0.64%;钙的回收率在 97.6%~100.7% 之间,相对标准偏差($n=5$)为 0.54%~0.99%。

关键词:自动电位滴定法; 脱硫浆液; 钙; 镁

中图分类号: O657.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-4020(2012)05-0538-02

Automatic Potentiometric Determination of Amount of Ca and Total Amount of Ca-Mg in Desulfurizing Pasty Liquor

SONG Xiao-hong, GAO Shan

(Hebei Provincial Electric Power Research Institute, Shijiazhuang 050021, China)

Abstract: The content of Ca and total content of Ca-Mg in desulfurizing pasty liquor were determined by automatic potentiometric titration using EDTA standard solution as titrant in an ammoniacal buffer solution of pH 10. The proposed method was applied to the determination of Ca and Mg in samples of desulfurizing pasty liquor, giving values of recovery and RSD's ($n=5$) in the ranges of 98.2%~100.4% and 0.48%~0.64% for Mg; and 97.6%~100.7% and 0.54%~0.99% for Ca respectively.

Keywords: Automatic potentiometry; Desulfurizing pasty liquor; Ca; Mg

湿法烟气脱硫系统中通常用石灰石溶液作为吸收剂,其中有效成分为碳酸钙,但是石灰石中均含有一定量的碳酸镁,而过多的碳酸镁进入脱硫浆液后,会对脱硫系统产生不良影响。因此,需要经常测定脱硫浆液中钙、镁的含量。现有钙、镁含量的测定方法为分别测定钙含量和钙镁总量,即取一份溶液将 pH 值调到 12.5 以上测定钙含量,再取一份溶液将 pH 值调到 10.0 左右测定钙镁总量,需进行两次测定。本工作利用电位滴定法一次完成脱硫浆液中钙和钙镁总量的测定,在待测的脱硫浆液中,加入适量

pH 10 的氨-氯化铵缓冲溶液,用 EDTA 标准溶液进行络合滴定,EDTA 首先与 Ca(II)发生络合反应,待 Ca(II)全部反应后,EDTA 再与 Mg(II)发生络合反应。利用手工滴定或以往的自动滴定方法不能判断 EDTA 与 Ca(II)反应完全时的等当点(EP_1);只能判断 Ca(II)、Mg(II)都反应完全时的等当点(EP_2)。使用 Metrohm 794 型自动电位滴定仪和 Tiamo 软件,可实现两个等当点的准确判断。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

Metrohm 794 型自动电位滴定仪;电极系统:钙电极为指示电极,Ag/AgCl 为参比电极;Metrohm 728 型搅拌器;Metrohm Tiamo 软件。

收稿日期: 2011-05-13

作者简介: 宋晓红(1966—),女,河北定州人,高级工程师,硕士,从事电力环保方面的分析测试工作。E-mail: hepri-sxh@he.

sgcc.com.cn

• 538 •

EDTA 标准溶液: $0.025 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

钙、镁标准溶液: $1.000 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

氨-氯化铵缓冲液(pH 10): 称取氯化铵 67.5 g 溶于 300 mL 去离子水中, 加氨水 570 mL, 用水定容至 1 L。

1.2 试验方法

由于钙、镁与 EDTA 的络合反应属于慢反应, 选择了等体积电位滴定模式进行, 测量密度值选 4, 信号漂移或电位变化率选 off, 终点识别设置为 all, 电位变化率为 $30 \text{ mV} \cdot \text{min}^{-1}$, 滴定管体积为 20 mL。取 50 mL 脱硫浆液的上清液, 加入 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(pH 10), 搅拌速度选 4 档, 每次滴加体积为 0.10 mL, 等当点电位判据 EPC 取 10 mV, 使用 794 型自动电位滴定仪, 用 $0.025 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ EDTA 标准溶液进行滴定。

2 结果与讨论

2.1 滴定条件的选择

量取一定体积的脱硫浆液, 用水稀释至 50 mL 左右, 分别对搅拌速度、氨-氯化铵缓冲溶液加入量、每次滴加体积、EPC 进行了选择。

结果表明: 当氨-氯化铵缓冲溶液加入量为 10 mL, 搅拌速度为 4 档, 每次滴加体积为

0.10 mL, 等当点电位判据 EPC 为 10 mV 时, 钙滴定终点(EP_1)的电位值在 190~230 mV 之间, 钙镁总量滴定终点(EP_2)的电位值在 130~170 mV 之间, 可以获得良好的滴定结果。其滴定曲线见图 1。

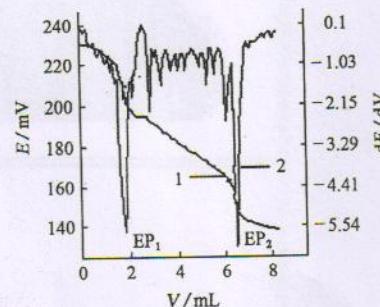


图 1 钙和钙镁总量滴定曲线

Fig. 1 Titration curve of Ca and total Ca and Mg

2.2 精密度试验

按试验方法测定 3 个样品, 各分取 10.00 mL 待测浆液样品重复测定 5 次, 计算测定结果的相对标准偏差, 见表 1。

2.3 回收试验

向待测样品中分别加入一定量的 Ca(II) 、 Mg(II) 标准溶液后, 按试验方法进行测定, 结果见表 1。

表 1 样品分析结果($n=5$)

Tab. 1 Analytical results of samples

样号	测定值 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$		加入量 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$		测定总量 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$		回收率/%		RSD/%	
	Ca(II)	Mg(II)	Ca(II)	Mg(II)	Ca(II)	Mg(II)	Ca(II)	Mg(II)	Ca(II)	Mg(II)
1	592	7 471.2	400	7 400	982.4	14 648	97.6	98.5	0.99	0.64
2	850	10 092	800	10 000	1 641.6	19 730	99.0	98.2	0.54	0.48
3	1 068	6 422.4	1 000	6 500	2 075.2	12 974	100.7	100.4	0.59	0.62

本工作通过联合使用 Metrohm 自动电位滴定仪和 Tiamo 软件, 实现了对钙含量测定终点的判断。与以往方法相比, 减少了调整 pH 摸索测定钙

含量的步骤。一次完成了脱硫浆液中钙及钙镁总量的测定。本方法的准确度和精密度都能满足常规试验的要求。

(上接第 537 页)

- [6] FERNÁNDEZ M, PICÓ Y, MANES J. Determination of carbamate residues in fruits and vegetables by matrix solid-phase dispersion and liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A, 2000, 871: 43-56.

- [7] 蔡亚岐, 刘稷燕, 江桂斌. 固相微萃取-液相色谱联用技

- 术研究进展[J]. 化学进展, 2004, 16(5): 708-715.
[8] GFRERER M, LANKMAYR E. Screening, optimization and validation of microwave-assisted extraction for the determination of persistent organochlorine pesticides[J]. Analytica Chimica Acta, 2005, 533: 203-211.