



湖南石油化工职业技术学院

Hunan Petrochemical Vocational Technology College

学生毕业设计成果

设计题目： 葡萄糖酸钙溶液中钙含量的测定

专业名称： 工业分析技术

班级名称： 分析 3171 班

学生姓名： 王仕杰

指导教师： 彭 欢

责任领导： 刘 芬

二零一九年十月

学生毕业设计成果真实性承诺书

本人郑重承诺：我所递交的毕业设计材料，是本人在指导老师的指导下独立进行完成的；除文中已经注明引用的内容外，不存在有作品（产品）剽窃和抄袭他人成果的行为。对本设计的共同完成人所做出的贡献，在对应位置已以明确方式标明。若被查出有抄袭或剽窃行为，或由此所引起的法律责任，本人愿意承担一切后果。

学生（确认签字）：王仕杰

签字日期：2019.10.16

指导教师关于学生毕业设计成果真实性审核承诺书

本人郑重承诺：已对该生递交的毕业设计材料中所涉及的内容进行了仔细严格的审核，其成果是本人指导下的指导下独立进行完成的；对他人成果的引用和共同完成人所做出的贡献在对应位置已以明确方式标明。不存在有作品（产品）剽窃和抄袭他人成果的行为。若查出该生所递交的材料有学术不端的行为，或由此所引起的法律责任，本人愿意承担一切责任。

指导教师（确认签字）：彭双

签字日期：2019.10.21

目 录

一、选题依据.....	3
二、分析方法.....	3
(一) 分析标准.....	3
(二) 方法原理.....	4
三、仪器与试剂.....	4
(一) 仪器设备.....	4
(二) 试剂材料.....	4
四、分析过程.....	5
(一) 样品前处理过程.....	5
(二) 测定步骤.....	5
1、0.01 mol/L EDTA 溶液的配制与标定.....	5
2、葡萄糖口服溶液中钙含量的测定.....	6
五、数据记录与处理.....	6
六、结果评价.....	8
七、问题讨论.....	8
参考文献.....	9
致谢.....	9

测定葡萄糖酸钙口服溶液中钙含量的方法设计

一、选题依据

钙是人体所必须的且含量最多的金属元素；对人体而言，无论肌肉、神经、体液和骨骼中，都有用 Ca^{2+} 结合的蛋白质。钙是人类骨、齿的主要无机成分，也是神经传递、肌肉收缩、血液凝结、激素释放和乳汁分泌等所必需的元素。钙约占人体质量的 1.4%，参与新陈代谢，每天必须补充钙；人体中钙含量不足或过剩都会影响生长发育和健康。所以钙是生物的生命之本。

从生命之初，胎儿的骨骼发育就需要充足的钙。因此孕期的钙需求较正常成人增加了 50%，尤其是后期需要补充 1200-1600 毫克/天。一杯牛奶的平均钙质大概有 300 毫克，从日常饮食中是很难完全满足钙的摄入需求，因此需要额外补钙。否则对孕妇而言，可能会造成隐形缺钙，从自己的骨骼里释放钙，供孩子所需。而且如果孕期没有特别补过钙，孩子一出生可能就会缺钙，输在健康起跑线上。

而且钙缺乏会破坏人体的免疫系统。当细菌和异物侵入人体，巨噬细胞会捕捉它们，并以淋巴球细胞中浆细胞制造的抗体来杀死细菌。而传递信息和指挥这种对抗细菌和病毒的防御措施系统发挥作用的是钙。在此重要时刻钙摄入不足，免疫系统功能将大大降低。随着年龄的增加人体功能减弱，对钙的吸收也相对减少，不得已甲状腺出面，从骨骼中提取钙来使用，多余的部分便在体内流窜，部分进入免疫细胞中，细胞内外的钙浓度失去原有的平衡，免疫系统大大降低作用。

那么问题来了，人类的身体机制是不能通过自身来产生钙，需要从食物、药物中获取。一旦得不到补给，那么将会影响青少年骨骼的发育，老年人将会易患骨质疏松；因此，食品中钙含量的测定是非常有必要的。

二、分析方法

(一) 分析标准

根据国家标准的钙含量测定，可以选用原子吸收分光光度法以及 EDTA 滴定法。我采用 EDTA 滴定法，因为该方法测定简单，样品的预处理也简单。

(二) 方法原理

本次使用的是配位滴定法，选用的指示剂是钙紫红素指示剂。Ca²⁺能与 EDTA 生成稳定的配合物，其稳定性较钙与钙指示剂所形成的配合物强。在调节好的 pH 范围内，Ca²⁺先与钙指示剂形成配合物，再用 EDTA 滴定，达到定量点时，EDTA 从指示剂配合物中夺取钙离子，使溶液呈现钙指示剂的颜色(终点颜色为纯蓝色)。根据 EDTA 的消耗量，即可计算出钙的含量。

三、仪器与试剂

(一) 仪器设备

表 1 仪器设备

名称	滴定管	移液管	移液管	锥形瓶	容量瓶
规格	50.00 ml	25.00 ml	10.00 ml	250 ml	250 ml
数量	1 支	1 支	1 支	3 瓶	1 瓶
名称	洗瓶	胶头滴管	烧杯	烧杯	量筒
规格	500 ml		100ml	500ml	50ml
数量	1 瓶	1 支	3 个	1 个	1 个

(二) 试剂材料

表 2 试剂材料

试剂名称	试剂名称	试剂名称
EDTA	氨水	氧化锌
葡萄糖酸钙口服溶液	缓冲溶液	氢氧化钠
铬黑 T	钙指示剂	盐酸

四、分析过程

(一) 样品前处理过程

- 1、准备 0.01 mol/L EDTA 溶液的配制与标定
- 2、准备好待测的葡萄糖酸钙口服溶液
- 3、准备 0.1 mol/L NaOH 溶液的配制
- 4、准备 0.01 mol/L 氧化锌溶液的配制
- 5、准备氨水和缓冲溶液和 20%的盐酸
- 6、准备铬黑 T 指示剂和钙指示剂



图 1 需要测定的葡萄糖酸钙口服溶液

表 1 所需溶液的浓度

试剂名称	规格	试剂名称	规格	试剂名称	规格
EDTA	0.01 mol/L	氧化锌	0.01 mol/L	氨水	1 : 1
葡萄糖酸钙 口服溶液	1 ml	氢氧化钠	0.1 mol/L	缓冲溶液	PH \approx 10

(二) 测定步骤

1、0.01 mol/L EDTA 溶液的配制与标定

经过查阅资料得知乙二胺四乙酸二钠的摩尔质量为 372.2 g/mol,所以配置 500ml 的 EDTA 标准滴定溶液需要称量 1.86g 的试样。置于 500ml 的大烧杯中,加水至 500ml,用玻璃棒搅拌等试剂充分溶解后转移到试剂瓶中,贴上标签,置于一旁等会做标定其确切浓度。

经过查阅资料配置了浓度氧化锌为 0.01 mol/L 的溶液 250ml 定容至 250ml 容量瓶中。由于氧化锌难溶于水,所以要滴加 20%的盐酸溶液至氧化锌充分溶解。我的氧化锌的称取量为 0.1631g。

接下来就到了标定 EDTA 浓度的时候，准确吸取 25.00ml 的氧化锌溶液至 250ml 的锥形瓶中，由于在溶解氧化锌时使用了盐酸溶解，此时的溶液酸度偏高，所以要滴加已经配置好的 1:1 的氨水溶液，滴到浑浊，此时的二价锌离子生成了氢氧化锌的沉淀，然后加已配置好的 pH=10 的缓冲溶液至浑浊消失，此时代表着沉淀溶解了，生成了锌氨配离子。再加入少量的铬黑 T 指示剂，此时调节好的氧化锌溶液呈现的是紫红色。然后使用已经配置好的 EDTA 溶液滴定，滴定的终点现象是由紫红色变成了纯蓝色，即是滴定终点。记录数据，平行做 3 次。

2、葡萄糖口服溶液中钙含量的测定

将 EDTA 标准滴定溶液的浓度测出来后，就可以开始葡萄糖酸钙口服溶液的钙含量。首先，将葡萄糖口服溶液拆开（规格：10ml/瓶）。将一个 100ml 的烧杯清洗干净，然后倒入适量的葡萄糖溶液进行润洗，顺便将 10ml 的移液管也清洗、润洗，然后准备 3 个锥形瓶，每个锥形瓶中移取 1ml 的葡萄糖溶液。加 50ml 蒸馏水，再加入已经配置好的 NaOH 10ml，再加入适量的钙指示剂。此时待测样的颜色为粉红色，用已经标定好的 EDTA 滴定待测样，终点的现象是从粉红色转变为纯蓝色，记录数据，平行做 3 次样。



图 2 滴定开始



图 3 滴定的过程



图 4 滴定终点

五、数据记录与处理

1、EDTA 的标定

计算公式：

$$C_{EDTA} = \frac{\frac{m_{ZnO}}{M_{ZnO}} \times \frac{25.00}{250.00}}{\frac{V_{EDTA}}{1000}}$$

M-氧化锌的摩尔质量 (81.00 g/mol)

m-氧化锌的质量 (g)

V-EDTA 所消耗的体积 (ml)

表 1 EDTA 经过标定后得出的浓度

内容 \ 次数	1	2	3
称取氧化锌的量 (g)	0.1631		
移取氧化锌的质量 (ml)	25.00	25.00	25.00
EDTA 所消耗的质量 (ml)	19.75	19.80	19.75
测得 EDTA 的浓度 (mol/L)	0.010195	0.010170	0.010195
测得 EDTA 平均浓度 (mol/l)	0.01019		
相对平均偏差 (%)	0.09		

2、葡萄糖酸钙口服溶液钙含量的测定

计算公式:

$$w_{Ca} = \frac{C_{EDTA} \times V_{EDTA} \times M}{V_{待测样}}$$

C-EDDTA 的浓度 (0.01019 mol/L)

M-钙的摩尔质量 (40.00 g/mol)

V_{EDTA} -EDTA 所消耗的体积 (ml)

V_{待测样}-葡萄糖酸钙所移取的体积 (ml)

表 2 葡萄糖酸钙口服溶液测定后得出钙的浓度

内容 \ 次数	1	2	3
移取待测物的体积 (ml)	1.00	1.00	1.00
所消耗的 EDTA 体积 (ml)	21.53	21.48	21.47
EDTA 浓度 (mol/L)	0.01019		
待测物质中钙的含量 (mg)	8.77563	8.75525	8.75117
待测物质中钙含量的平均值 (mg)	8.7607		
相对平均偏差	0.11		

六、结果评价

1、使用 EDTA 配位滴定法来测定钙的含量是最为简单、经济、实惠、准确的滴定方法。

2、在做本次设计的时候数据记录及时，不会出现漏写或者写错的情况。

3、该次所使用的试剂样品均是同一批次的试剂样品，再加上做了 3 次平行测定，所以其精密度和准确度都有所保障。

4、测定时有效数字的保留遵循保留 5 位有效数字，求其平均时则是保留 4 位有效数字；而滴定管以及移液管和容量瓶则是精确到 0.01；量筒烧杯等仪器则看是明面值，确定不了小数位。修约遵循四舍五入成双的规则。

5、本次的结果，无论是测定还是标定都做了 3 次平行试验，所以数据的精密性和准确性都有保障，且本次的试验结果就相对平均偏差来看都在允许的误差范围内，所欲还是很有保证的。

七、问题讨论

1. 首先是在做测定过程中，钙紫红色的加入量应该多少为宜？

钙指示剂的加入量的多少将会影响实验的颜色深浅。一般控制在 0.1-0.2g 为宜，加少的话显色反应不明显，而且做平行样的话尽量每一个样都要控制在同一克数。

2. EDTA 做标定时氧化锌为什么要加入盐酸，并且为何还要加入氨水？

氧化锌其物质难溶于水，所以需要使⽤盐酸逐滴加入，直至其充分溶解，然后方可加入蒸馏水定容。在标定 EDTA 时，因为氧化锌是⽤盐酸溶解的，pH 值偏酸性。需要加入氨水和缓冲溶液。以中和其 pH 值。

参考文献

[1] 王雄清,陈封政. 人体钙的生理作用与合理补钙[J]. 绵阳师范学院学报,2004(05):62-66.

[2]GB 12398-1990 食品中钙的测定方法

[3] 朱云勤,陈玲,夏文品. EDTA 测定钙的指示剂选择[J]. 贵州大学学报(自然科学版),1999(01):30-34.

[4]EDTA 标准溶液标定方法: GB/T 601-2002

[5]食品卫生检验方法: GB/T 5009.1-2003

[6]食品添加剂 葡萄糖酸钙: GB 15571-1995

[7]李继睿,王织云,石慧. 工业分析技术[M]. 湖南大学出版社,2016(08)

致谢

在此特别感谢彭欢老师、陈媛老师、曹林毅老师、黄志遥老师、王霞老师、王倩老师、等各位指导老师这几年来辛勤教导，你们的细心严谨、认真负责、一丝不苟、爱岗敬业的精神无时无刻的影响着我们。你们对各位同学都关爱有加，孜孜不倦的为我们灌输着知识，你们是我们学习的榜样，你们的行为和精神无时无刻我的脑海中呈现。在你们的悉心照顾下我每天都有所进步，在教学之余还能和你们谈谈心，虽然远离家乡来到岳阳求学，但是老师和各位同学们让我感到了在家一般的温馨，感谢这一路上有你！