

Analysis of Magnesium in Magnesite by EDTA Capacity

Lilong Jiang

Liaoning Province 10th Geological Brigade Co., Ltd. Laboratory, Fushun, Liaoning, 113004, China

Abstract

Hydrochloric acid, hydrochloric fluoric acid and perchloric acid were dissolved in polyethylene plastic crucible and determined directly by EDTA capacity without separating silica. This paper discusses the differences and conditions of this method and the traditional alkali ysis method, and improves the accuracy and ease of the end point.

Keywords

magnesite; magnesium oxide; titration; end point

EDTA 容量法测定菱镁矿中镁的分析讨论

蒋立龙

辽宁省第十地质大队有限责任公司实验室, 中国 · 辽宁 抚顺 113004

摘 要

直接采用盐酸、氢氟酸、高氯酸在聚乙烯塑料坩埚中溶解, 在不分离二氧化硅的情况下直接用EDTA容量法进行测定。论文讨论了该方法与传统碱溶方法的不同及条件的把握, 提高了样品分析数据的准确度和终点的易看度。

关键词

菱镁矿; 氧化镁; 滴定; 终点

1 引言

在测定菱镁矿中的镁时, 由于镁含量比较高, 在含有二氧化硅的情况下, 会影响滴定终点。所以传统的碱溶方法不好提取, 而且酸度不好控制, 指示剂等对终点都有较大影响, 一般不好把握。所以必须把二氧化硅滤除。笔者经过一年里不断地实验分析、比对, 才对条件进行了优化, 从而快速准确的滴定出高含量镁的测定。

2 实验部分

2.1 主要试剂与器皿

①盐酸、高氯酸、氢氟酸。

②聚乙烯塑料坩埚。

③ EDTA 标准溶液: 称取 3.7200 克 EDTA 于 500 毫升烧杯中, 溶解后转移到 1 升的容量瓶中, 定容摇匀。用 0.6 毫克每毫升的氧化锌溶液准确的标定出 EDTA 浓度。

④酒石酸钾钠和三乙醇胺混合溶液。

⑤ PH=10 缓冲溶液, 取 67.5 克氯化铵于 20 毫升水中, 加入 570 毫升氢氧化铵, 稀释到 1 升。

⑥指示剂: 酸性铬兰 k 和萘酚绿 B。

⑦ 200 毫升玻璃三角瓶。

2.2 实验过程

在处理过的塑料坩埚中准确称取 0.200 克样品, 加入 10 毫升盐酸, 5 毫升氢氟酸, 3 毫升高氯酸, 在 300 摄氏度以上的电热板上加热, 使样品分解完全, 待烟冒尽, 必须一点都不冒后再加入 3 毫升高氯酸, 再次冒烟, 直到烟冒尽, 取下到室温加水洗杯壁, 再放到电热板上加热至干, 加 4% 的盐酸溶解残渣, 转移到 100 毫升容量瓶内, 用蒸馏水稀释到刻度, 摇匀, 静置备用。分区清液 10 毫升, 放入三角瓶中, 加蒸馏水至 50 毫升, 加入三乙醇胺酒石酸钾钠混合溶液 5 毫升, 在加入甲基红指示剂一滴, 然后加 PH=10 的缓冲溶液, 要边滴边加试剂, 要不然会导致结果偏低。加完试剂要立刻滴定, 滴定终点为蓝色^[1,2]。计算:

$$W(\text{CaO})/10^{-2} = C \times (V_2 - V_1) \times 0.04030 \times 100/m$$

式中: V_1 滴定钙时消耗 EDTA 的毫升数; V_2 滴定镁时消耗 EDTA 的毫升数; C 是 EDTA 的浓度; m 是样品称样量。

3 结果与讨论

①按分析方法对菱镁矿 ($\text{Ca}=5.53\%, \text{Mg}=40.21\%$) 进行测定, 结果如表 1 所示。

【作者简介】蒋立龙 (1986-), 男, 中国甘肃张掖人, 本科, 工程师, 从事实验测试研究。

表 1 菱镁矿测定结果

序号	标准值	测量值	绝对误差	相对误差
1	40.21	39.98	0.23	0.0057
2	40.21	40.40	0.19	0.0047
3	40.21	40.20	0.01	0.0002
4	40.21	39.95	0.26	0.0065
5	40.21	40.19	0.02	0.0005
6	40.21	40.10	0.11	0.0027
7	40.21	40.21	0.00	0.0000
8	40.21	39.96	0.25	0.0062
9	40.21	40.10	0.11	0.0027
10	40.21	40.25	0.04	0.0010
11	40.21	40.22	0.01	0.0002
平均值	40.21	40.14	0.11	0.0028

②方法的准确度。对几种菱镁矿进行测定,结果见表 2。

表 2 菱镁矿测定数据

试样名称	标准值	本法测定	绝对误差	相对误差	常规测定	绝对误差	相对误差
滑石	31.90	31.85	0.05	0.0016	31.98	0.08	0.0025
白云石	20.33	20.26	0.07	0.0034	20.37	0.04	0.0020
硼镁铁矿	24.94	25.00	0.06	0.0024	25.02	0.08	0.0032
镁矿石	40.30	40.24	0.06	0.0015	40.21	0.09	0.0022

从表中可以看出本法对菱镁矿要比常规方法更加准确。

③试剂和环境的影响^[3]。

第一,滴定中要是含有较高的铝、铁,滴定终点不是纯蓝色,而是蓝绿的。如果滴定终点已经到蓝色了,放置一会反终点,这是铝含量较高影响的,可不必考虑。

第二,镁在 PH=12.5 时才能滴定反应,所以配置缓冲溶液必须达到 10 以上,以免滴定偏低。

第三,如果含有较多重金属存在,应该在滴定前加几滴氰化钾溶液消除干扰。

第四,在滴定样品前加三乙醇胺酒石酸钾钠混合溶液和缓冲溶液时,必须注意加完立即用 EDTA 溶液滴定。如果放置过久样品会消耗酸,改变酸碱度。从而使结果低出好多还容易反终点^[4]。

第五,温度一定要适宜,当室内温度低于 10 摄氏度以下,EDTA 滴定钙镁含量会反应过慢,终点不易观察,这时应该加热溶液在滴定。

第六,如果样品中锰较高无法用混合溶液掩蔽时,可以加少量的盐酸羟胺。这样终点明显,易于观察。

4 结论

传统实验方法一般采用低温容矿,稀盐酸提取,分离二氧化硅后进行测定。所用时间长,分析过程复杂。本次实验方法操作简单,而且对菱镁矿要好于传统方法,滴定终点明显,效果理想,结果有较高的准确度和精密度。

参考文献

[1] 袁秀顺,贾振国,王君仁.菱镁矿中氧化钙和氧化镁的测定[J].科学通报,1995(8):12.

[2] 国家标准局.GB 5069.9-85 镁质耐火材料化学分析方法.CyDTA容量法测定氯化镁[S].北京:中国标准出版社,1985.

[3] 栾日坚,丁梅清.菱镁矿中氧化钙和氧化镁的测定[J].岩矿测试,1999,20(1):1-5.

[4] 国家标准局.GB5070.6-5070.7-85 镁铬质耐火材料化学分析方法.EGTA容量法测定氯化钙[S].北京:中国标准出版社,1985.