

电位滴定法测定乙酸钙中钙离子含量

1 前言

乙酸钙作为一种广泛应用的添加剂，本身具有优异的补钙性，因此在食品工业中一直作为抑霉剂、稳定剂、缓冲剂和增香剂使用；也可用于化学试剂，常用于螯合剂、抑霉剂、稳定剂、缓冲剂、防腐剂、pH 值调节剂等方面。钙离子含量是评价其品质的一个重要技术指标。本文按照国家标准 GB 1903.15-2016 测定乙酸钙中钙离子含量，操作简单，尽可能减少了手工滴定带来的误差，也避免了颜色辨别终点带来的误差，实验结果重复性良好。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位滴定仪，复合 Ca 离子选择性电极。

2.2 试剂

EDTA 标准溶液 (0.1 mol/L) 。

3 实验方法

3.1 实验步骤

将样品管中的全部试样溶于 100mL 烧杯中，使其全部溶解，转移至 500mL 容量瓶，定容至 500mL，准确量取试样 50mL 于滴定杯中，加氨-氯化铵溶液 (PH=10) 10mL，插入钙离子选择电极，用 EDTA 标准溶液 (0.1042mol/L) 进行滴定，滴定至电位突跃点，记录数据，并将滴定结果用空白校正。浓度较小的试样用原溶液进行稀释，并用稀释后的滴定液进行滴定。

3.2 参数设置

滴定模式：动态滴定	搅拌速度：4
电极平衡时间：6s	预搅拌时间：5s
电极平衡电位：1mv	补液速度：5
最小添加体积：0.02mL	预滴定添加体积：0mL
结束体积：20mL	预滴定后搅拌时间：1s
电位突跃量：150	预控 mv 值：130

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名	滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (mL)	滴定体积 (mL)	空白体积 (mL)	钙离子含量 (g/500mL)	平均值	RSD(%)
乙酸钙	0.1042	50	7.865	0.38	0.31276	0.311	0.03137
			7.857		0.31231		
			7.901		0.31229		

计算公式：

$$X = \frac{0.0408 \times (V_1 - V_0) \times 500}{50}$$

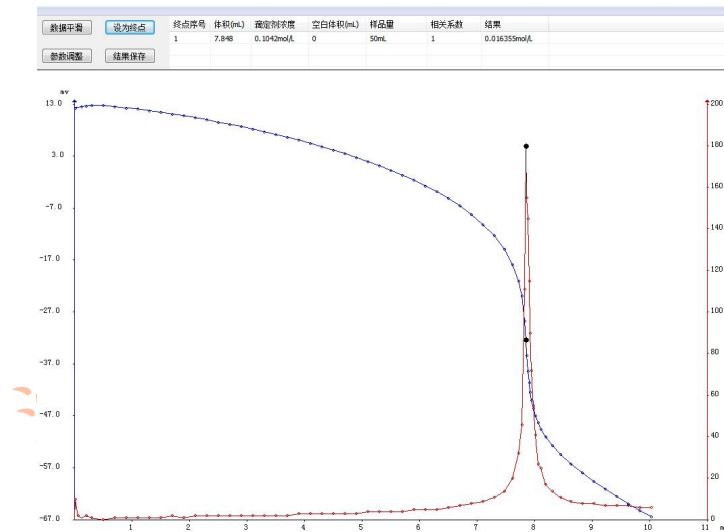
式中：

- X -- 样品中钙离子的含量，单位为 (g/100g) ；
 V₁ -- 样品消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，单位 (mL) ；
 c -- 高氯酸溶液的校对过的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L) ；
 50 -- 取样量，单位为毫升 (mL) ；

500 -- 样品的总体积，单位为 (mL) ；

0.04008 -- 与 1.00mL 高氯酸标准滴定溶液[$c(\text{HClO}_4)=1.000\text{mol/L}$]相当的钙离子的质量，单位为克 (g)。

4.2 图谱



4.3 结论

根据文献要求，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过 0.3%。

参考文献

[1] GB/T 1903.15-2016 食品营养添加剂 乙酸钙[S].

海能技术