

乙二胺对铝(Ⅲ)-铝试剂-乙醇显色反应的增敏及其应用

黄德发 李梅兰

(湘潭师范学院化学系,湘潭 411201)

摘要 在 pH 4.0~4.5 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液中,适量的乙二胺对铝(Ⅲ)-铝试剂-乙醇的显色反应有明显的增敏作用。显色体系的最大吸收波长为 545 nm,表观摩尔吸光系数为 $1.2 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$,铝(Ⅲ)含量在 0.5~40 $\mu\text{g}/(25 \text{ mL})$ 时服从比尔定律。该显色体系用于测定合成水样中的铝,回收率为 96.7%~98.4%,RSD 为 0.38%~0.43%。

关键词 铝(Ⅲ) 铝试剂 乙醇 乙二胺 显色反应

铝试剂是分光光度法测定铝的第一种三苯甲烷染料类显色剂,曾是光度法测定铝的最理想的试剂。文献[1]报道铝(Ⅲ)-铝试剂配合物的最大吸收波长为 525 nm,表观摩尔吸光系数为 $1.0 \times 10^4 \sim 2.5 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$,但在一般实验条件下,其表观摩尔吸光系数仅为 $9 \times 10^3 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 左右,该显色剂现已逐渐为其它显色剂所取代^[2]。笔者发现,用该显色体系测定铝(Ⅲ)时,在乙醇存在下,加入适量乙二胺可提高测定的灵敏度。在 pH 4.0~4.5 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液中,显色体系的最大吸收波长为 545 nm,表观摩尔吸光系数为 $1.2 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$,铝(Ⅲ)含量在 0.5~40 $\mu\text{g}/(25 \text{ mL})$ 时服从比尔定律,用于测定合成水样中的铝,测定结果比较理想。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

可见分光光度计:724-1 型,上海光学仪器厂;

精密 pH 计:pHS-3C 型,上海雷磁仪器厂;

电子分析天平:AB204-N 型,瑞士 Mettler Toledo 公司;

铝(Ⅲ)标准溶液:0.10 mg/mL。精密称取 1.7590 g 硫酸铝钾 [$\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$] 于小烧杯中,以少量水溶解后移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度并摇匀;

铝试剂:1 g/L;

乙二胺溶液:10 mL/L;

乙酸溶液:3 mol/L;

乙酸钠溶液:3 mol/L;

实验所用试剂均为分析纯;

实验用水为二次蒸馏水。

1.2 实验方法

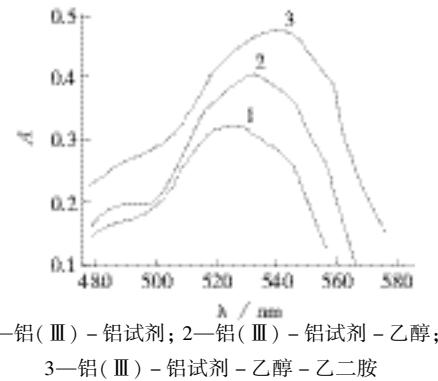
准确移取 0.30 mL 铝(Ⅲ)标准溶液于 25 mL

容量瓶中,依次加入 1.00 mL 乙酸溶液、0.40 mL 乙酸钠溶液、3.00 mL 铝试剂、8.00 mL 无水乙醇及 2.00 mL 乙二胺溶液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 15 min,制得试验溶液。取试验溶液,用 1 cm 比色皿,以试剂空白为参比,于 545 nm 处测定吸光度。

2 结果与讨论

2.1 吸收曲线

铝(Ⅲ)-铝试剂、铝(Ⅲ)-铝试剂-乙醇、铝(Ⅲ)-铝试剂-乙醇-乙二胺的吸收曲线见图 1。由图 1 可知,铝(Ⅲ)-铝试剂的最大吸收峰在 525 nm 处,铝(Ⅲ)-铝试剂-乙醇的最大吸收峰在 535 nm 处,铝(Ⅲ)-铝试剂-乙醇-乙二胺的最大吸收峰在 545 nm。三种显色体系的吸光能力依次增强,且后两种体系的最大吸收波长发生了红移。本实验选择 545 nm 为测定波长。



1—铝(Ⅲ)-铝试剂;2—铝(Ⅲ)-铝试剂-乙醇;
3—铝(Ⅲ)-铝试剂-乙醇-乙二胺

图 1 三种显色体系的吸收曲线

2.2 溶液的酸度

其它试剂的用量保持不变,改变乙酸钠溶液的用量,分别测定显色体系的吸光度。结果表明,乙酸钠溶液的用量很小时有色络合物会形成沉淀,用量过大时则吸光度下降,用量为 0.40 mL 左右时吸光

度最大且恒定,故本实验选用0.40 mL乙酸钠溶液,此时溶液的pH值为4.0~4.5。

2.3 铝试剂的用量

改变铝试剂的用量,其它试剂的用量保持不变,以相应的试剂空白为参比测定吸光度。结果表明,铝试剂的用量较小时,吸光度随铝试剂用量的增加而增大,当铝试剂的用量为3.00 mL左右时,吸光度达到最大并保持恒定,故选用3.00 mL铝试剂。

2.4 乙醇的用量

改变乙醇的用量,其它试剂的用量保持不变,分别以相应的试剂空白为参比测定吸光度。结果表明,加入乙醇有一定的增敏作用,乙醇的用量较小时,吸光度随乙醇加入量的增加而增大,当无水乙醇的用量为8.0 mL左右时,吸光度达到最大并保持恒定,故选用8.0 mL无水乙醇。

2.5 乙二胺溶液的用量

改变乙二胺溶液的用量,其它试剂的用量保持不变,分别以相应的试剂空白为参比测定吸光度。结果表明,乙二胺溶液的用量较小时,吸光度随乙二胺溶液用量的增加而增大,乙二胺溶液用量太大则会产生沉淀而使吸光度下降,当乙二胺溶液的用量为2.0 mL左右时,吸光度达到最大并保持恒定,故选用2.0 mL乙二胺溶液。

2.6 显色时间

按实验方法配制试液,显色后,每隔5 min测一次吸光度。测定结果表明,显色后15 min内吸光度慢慢增大,15 min左右达到最大值,并在2 h内保持不变。在沸水中加热可加快显色速度,但加热不能太久,否则有色配合物会形成沉淀。

2.7 干扰离子的影响

除文献^[2]中提到的Fe(III)、Cu(II)、Co(II)等

离子会对铝(III)-铝试剂的显色反应有干扰外,Mg(II)含量大于100 μg/(25 mL)时也会产生干扰,应预先分离。Fe(III)的干扰可利用加入盐酸羟胺来消除,加入盐酸羟胺后测定灵敏度会有一定程度的降低。

2.8 工作曲线

在实验条件下,铝(III)含量(X)在0.5~40 μg/(25 mL)时服从比尔定律,n=4时,回归方程为A=0.023+0.0159X,相关系数r=0.9914,表观摩尔吸光系数ε=1.2×10⁴ L/(mol·cm)。

2.9 样品分析

将一定量的铝(III)标准溶液加入到适量水中制得合成水样,按实验方法测定,测定结果列于表1。

表1 合成水样的测定结果

样品	加入量/ μg·(25 mL) ⁻¹	测定值/ μg·(25 mL) ⁻¹	平均值/ μg·(25 mL) ⁻¹	RSD/%	回收率/%
1#	27.0	26.0 26.1 26.2	26.1	0.38	96.7
2#	36.0	35.2 35.4 35.5	35.4	0.43	98.4

由表1可知,用本法测定合成水样中的铝,测定结果的相对标准偏差为0.38%~0.43%,回收率为96.7%~98.4%,表明测定重复性较好,测定结果较准确。

3 结语

乙二胺可使铝(III)-铝试剂-乙醇显色反应增敏,该显色体系用于测定合成水样中的铝,精密度好,测定结果准确。

参考文献

- 杭州大学化学系分析化学教研室. 分析化学手册: 第3分册. 北京: 化学工业出版社, 1983. 478
- 刘绍璞, 朱鹏鸣, 张国轩, 等. 金属化学分析概论与应用. 成都: 四川科学技术出版社, 1985. 415

SPIKED COLOR REACTION OF ALUMINIUM(III) - ALUMINON - ETHYL ALCOHOL WITH ETHYLENEDIAMINE AND ITS APPLICATION

Huang Defa, Li Meilan

(Department of Chemistry, Xiangtan Normal College, Xiangtan 411201, China)

ABSTRACT The colour reaction of aluminium(III)-aluminon-ethyl alcohol was spiked with ethylenediamine between pH 4.0~4.5. The apparent molar absorptivity is 1.2×10⁴ L/(mol·cm) at 545 nm. Beer's law is obeyed in the range of 0.5~40 μg/(25 mL) for aluminium. The proposed method has been applied to the determination of aluminium in synthetic water sample, the recovery is 96.7%~98.4%, RSD is 0.38%~0.43%.

KEYWORDS aluminium, aluminon, ethyl alcohol, ethylenediamine, color reaction

质量认证的作用

取得质量认证资格,对企业至少有以下作用:(1)提高

企业管理水平;(2)树立企业形象,增强产品市场竞争力;(3)扩大出口,促进对外贸易。
(李怀林)