

•测试与分析•

光度法测定锌粉和锌合金中的铝

秦以平,王尔贤

(国家轻工业电池质量监督检测中心,江苏苏州 215006)

摘要:在 $\text{pH} = 5.9 \sim 6.1$ 六次甲基四胺缓冲溶液中,铝离子与铬天青 S 反应生成 1:2 的红色络合物,在分光光度计 547 nm 处测定吸光度。用抗坏血酸为还原剂,硫脲为掩蔽剂,可以掩蔽铁、钴、铜、镉。用基体匹配法消除锌的干扰。本方法可以测定锌、锌合金和锌粉中 0.0005% ~ 0.1% 的铝。

关键词:铝; 锌粉; 锌合金; 铬天青 S; 光度法

中图分类号:TM911.1 文献标识码:A 文章编号:1001-1579(2004)04-0307-02

Spectrophotometry determination of aluminum in zinc alloy and zinc powder

QIN Yi ping, WANG Er xian

(Battery Quality Supervision and Inspection Center of Light Industry of China, Suzhou, Jiangsu 215006, China)

Abstract: Al^{3+} reacted with chrome azurol S to form 1:2 red complex compound in $\text{pH} = 5.9 \sim 6.1$ hexamethylene tetraamine buffer solution. The absorbance of aluminum was determined at spectrophotometer wave 547 nm, with ascorbic acid as a reducing reagent, thiourea as a masking reagent, iron, cobalt, copper and indium could be masked. By using the method of basal body match the interfere of zinc was eliminated. It had been applied to determine trace aluminum in zinc, zinc alloy and zinc powder. The determining range of the method was 0.0005% ~ 0.1%.

Key words: aluminum; zinc powder; zinc alloys; chrome azurol S; spectrophotometry

本文作者研究了铝-铬天青 S 络合物的性质和锌粉中共存元素对铬天青 S 光度法^[1-2]测定铝的影响,并提出消除干扰的办法,建立了直接测定锌粉中铝的光度法^[3]。

1 实验

1.1 主要试剂和仪器

a. 硝酸、盐酸、氨水均为优级纯。

b. 六次甲基四胺缓冲溶液(200 g/L):称取 100 g 六次甲基四胺溶于 400 ml 水中,加硝酸(1:1)5.0 ml,用硝酸(1:1)和氨水(1:1)溶液调节 pH 为 6.00 ± 0.05 ,用水稀释至 500 ml。

c. 铝标准贮备溶液(100 $\mu\text{g Al/ml}$):称取硫酸铝钾 $[\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}]$ 1.758 g,溶于少量水中,加盐酸(1:1)20 ml,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

d. 铝标准溶液(2 $\mu\text{g Al/ml}$):准确分取铝标准贮备溶液(100 $\mu\text{g Al/ml}$)5 ml 于 250 ml 容量瓶中,加入盐酸(1:1)2 ml,用水稀释至刻度,混匀。

e. 锌溶液(20 g/L):称取高纯锌(99.999%)20.0 g 置于 250 ml 烧杯中,加入盐酸(1:1)130 ml 和硝酸(1:1)15 ml,加热

溶解,蒸发至 40 ~ 45 ml,取下冷却,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

f. 双光束分光光度计:日立 150-20。

1.2 实验方法

a. 分取铝 5 μg 于 50 ml 容量瓶中,加入 0.1 g/L 溴甲酚绿溶液 1 滴,滴加氨水(1:4)至溶液呈蓝色,用盐酸(1:4)调节至蓝色刚消失,加水至 30 ml 左右。加入 0.5 g/L 铬天青 S 溶液 5.0 ml,混匀。加入 200 g/L 六次甲基四胺缓冲溶液 8 ml,用水稀释至刻度,混匀。20 min 后,用分光光度计,在波长 547 nm 处,1 cm 比色皿,测量吸光度(用试剂空白调零)。

b. 在实验方法 a 加水至 30 ml 前,加入 50 g/L 硫脲 6 ml,混匀,放置 5 min,加入 10 g/L 抗坏血酸 2 ml。其他实验相同。

1.3 铝-铬天青 S 络合物的性质

为了确认在本实验条件下铝-铬天青 S 络合物的性质,分取铝 5 μg ,按 1.2 a 实验方法操作,用日立 150-20 分光光度计(试剂空白参比)绘制六次甲基四胺缓冲介质中铝-铬天青 S 络合物光谱图,从 900 nm 扫描至 400 nm 只出现一个吸收峰,它的最大吸收在波长 547 nm 处,在 585 nm 处并未出现吸收峰。铬

作者简介:

秦以平(1961-),男,江苏苏州人,国家轻工业电池质量监督检测中心工程师,从事电池及原材料分析;

王尔贤(1936-),男,江苏苏州人,国家轻工业电池质量监督检测中心高级工程师,从事电池及原材料分析。