

文章编号: 0254-5357(2006)01-0095-02

2-(5-氯-2-吡啶偶氮)-5-二乙基氨基酚 作络合滴定指示剂测定锌

李 山¹, 刘根起²

(1. 长安大学环境科学与工程学院, 陕西 西安 710054; 2. 西北工业大学化工系, 陕西 西安 710072)

摘要: 对2-(5-氯-2-吡啶偶氮)-5-二乙基氨基酚(5-Cl-DEPAP)作锌的络合滴定指示剂进行了实验。在pH 5.5的HAc-NaAc介质中,以5-Cl-DEPAP作指示剂,EDTA标准溶液滴定锌,溶液颜色由紫红色变为亮黄色,终点变化敏锐,易于观察,锌量在0~25 mg与EDTA消耗量成正比。方法用于化学试剂和铝合金中锌的测定,5次测定的RSD小于0.1%。结果表明,5-Cl-DEPAP符合络合滴定对指示剂的基本要求,扩大了该试剂的应用范围。

关键词: 指示剂; 2-(5-氯-2-吡啶偶氮)-5-二乙基氨基酚; 络合滴定; 锌

中图分类号: O655.2 **文献标识码:** A

Determination of Zinc by Complexometric Titration with 2-(5-Chloro-2-Pyridylazo)-5-Diethylaminophenol Indicator

LI Shan¹, LIU Gen-qi²

(1. Environmental Science and Engineering College, Chang'an University, Xi'an 710054, China;

2. Department of Chemical Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: An accurate and selective method for the determination of zinc by complexometric titration was developed. In the medium of acetic acid-sodium acetate (pH = 5.5) and with 2-(5-chloro-2-pyridylazo)-5-diethylaminophenol (5-Cl-DEPAP) as indicator, the amount of zinc is directly in proportion to EDTA solution consumed in a range of 0~25 mg of zinc with a sharp end point. The method has been applied to the determination of zinc in chemical reagents and aluminum alloy with precision of less than 0.1% RSD ($n=5$).

Key words: indicator; 2-(5-chloro-2-pyridylazo)-5-diethylaminophenol (5-Cl-DEPAP); complexometric titration; zinc

常量的锌多以滴定法进行测定,尽管已有的几种主要滴定反应基本定型,方法及技术已比较成熟,但近年来,国内外仍在研究新的指示剂、滴定剂、掩蔽剂及新方法与新技术,使锌的滴定分析不断得到发展与完善^[1-2]。在指示剂方面,除了常用的二甲酚橙和PAN外,一些新的指示剂被报道^[3-5],并且已用于实际样品分析。本文研究5-Cl-DEPAP用作锌的络合滴定指示剂的可能性,通过实验确定5-Cl-DEPAP是锌的良好指示剂,建立了测定锌的络合滴定分析法。以EDTA标准溶液滴定0~25 mg锌,终点敏锐。方法可用于化学试剂和铝合金中锌的测定。

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

721型分光光度计(上海第三分析仪器厂);pHS-25数字酸度计(杭州万达仪器仪表厂)。

Zn标准溶液:1 g/L(0.05 mol/L HCl介质);5-Cl-DEPAP乙醇溶液:0.4 g/L;EDTA标准溶液:0.01 mol/L,使用前用Zn标准溶液标定;HAc-NaAc缓冲溶液:pH 5.5。

1.2 实验方法

移取Zn标准溶液5.0 mL于250 mL锥形瓶中,加入10 mL HAc-NaAc缓冲溶液,用水稀释至30 mL,加入5滴5-Cl-DEPAP指示剂,用EDTA标准溶液滴定,溶液由紫红色变为亮黄色即为终点。

收稿日期:2005-04-14;修订日期:2005-08-06

作者简介:李山(1969-),男,陕西兴平市人,讲师,从事化工分析教学和科研工作。E-mail:lishan030@sina.com。

2 结果与讨论

2.1 不同 pH 值络合物的吸收光谱

在 pH 4.0、4.5、5.0、5.5、6.0 的缓冲溶液中,测定 Zn - 5 - Cl - DEPAP 络合物的吸收曲线(图 1)。由图 1 可见, pH 4.0 ~ 6.0, Zn - 5 - Cl - DEPAP 络合物的吸光度随 pH 的增加而增大。考虑到指示剂的变色敏感性,本实验选择 pH 5.5 的 HAc - NaAc 缓冲溶液。

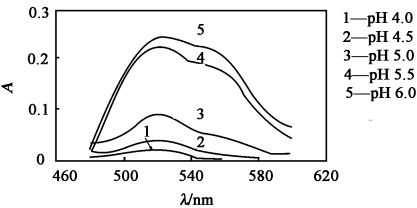


图1 Zn - 5 - Cl - DEPAP 络合物吸收曲线
Fig.1 Absorption curves of Zn-5-Cl-DEPAP
 $\rho(\text{Zn}^{2+}) = 400 \mu\text{g/L}$, 以试剂空白为参比。

2.2 滴定前后溶液的吸收曲线

在 pH 5.5 的 HAc - NaAc 缓冲溶液中,测定滴定前后溶液的吸收曲线(图 2)。滴定前 Zn - 5 - Cl - DEPAP 络合物溶液的最大吸收波长为 520 nm, 滴定后溶液的最大吸收波长为 440 nm, 二者相差较大, 颜色变化明显, 易于观察。

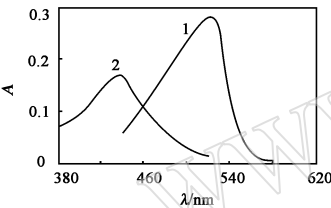


图2 pH 5.5 滴定前后溶液的吸收曲线
Fig.2 Absorption curves of Zn-5-Cl-DEPAP
before and after titration at pH 5.5
1—滴定前(以水为参比); 2—滴定后(以水为参比)。

2.3 指示剂用量

实验表明, 0.4 g/L 5 - Cl - DEPAP 指示剂用量在 3 ~ 8 滴对滴定结果无影响, 仅影响终点的颜色深浅。本实验选用 5 滴指示剂。

2.4 温度的影响

在含 5.0 mg Zn 的 30 mL 滴定体积中加入 5 滴指示剂进行实验, 加热与不加热, 指示剂变色敏锐程度无差别。

2.5 标准滴定曲线

实验表明, 在 30 mL 滴定体积中, Zn 量在 0 ~ 25 mg 与 EDTA 消耗量成正比。

2.6 光度滴定曲线

由图 3 可见, Zn - 5 - Cl - DEPAP 络合物溶液的起始吸光度较高, 随着 EDTA 标准溶液的滴入, 有色溶液的吸光度变化较小, 仅在终点前滴入 0.1 mL 0.01 mol/L EDTA 溶液, 含 Zn 溶液的吸光度降低了 0.065, 终点以后溶液的吸光度不再变化。说明以 5 - Cl - DEPAP 作为指示剂测定 Zn 终点变化敏锐, 易于观察。

2.7 共存离子的影响

对于 5 mg Zn, 在拟定条件下, 共存离子的允许量 (mg) 为: Ba^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 10; Cr^{3+} 0.2; Mn^{2+} 、 Al^{3+} 0.15; Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 0.08; Cd^{2+} 0.05; Ni^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{3+} 0.01; 大量的 K^{+} 、 Na^{+} 、 NH_4^{+} 、 F^{-} 、 Cl^{-} 、 NO_3^{-} 、 SO_4^{2-} 、 Ac^{-} 不干扰。 Cu^{2+} 严重干扰, 可加脲豚掩蔽。 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 干扰可加 NH_4F 掩蔽。

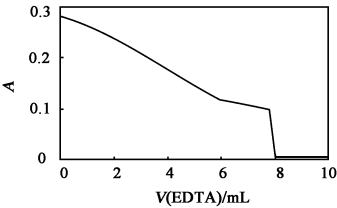


图3 光度滴定曲线
Fig.3 Spectrophotometric titration curve

3 样品分析

称取铝合金试样 1.0000 g 于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 6 mol/L HCl, 低温加热, 待剧烈作用停止后, 滴加 H_2O_2 至试样全溶, 继续加热蒸发试液至近干, 稍冷后用少量 0.1 mol/L HCl 溶解盐类, 移入 100 mL 容量瓶中, 以水定容, 摇匀。取上述试液 5.0 mL 于锥形瓶中, 加入 2.0 g NH_4F 、3 mL 100 g/L 脲豚、2 滴 1 g/L 对硝基酚溶液, 用 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 中和至黄色, 再用稀 HNO_3 调至黄色恰好褪去, 以下按实验方法进行测定, 结果见表 1。

表1 试样分析
Table 1 Analytical results of Zn in samples

样品	$w(\text{Zn})/\%$					RSD/%
	标准值	分次测定值			$\bar{x}$	
硫酸锌	不低于 99.0	99.04	99.08	99.06	99.07	0.024
		99.10	99.05			
铝合金①	12.45	12.53	12.53	12.51	12.52	0.087
		12.53	12.51			

① 铝合金组成为 ($w/\%$): Cu (0.36), Si (7.16), Fe (0.77), Mn (0.185), Mg (0.10), Zn (12.45)。

4 参考文献

[1] 陈焕光. 络合滴定分析[J]. 分析试验室, 1989, 8(4): 118 - 127.
[2] 高俊杰, 余萍, 唐祝兴, 等. 在微乳液介质中以 PAN 作络合滴定指示剂测定钨[J]. 冶金分析, 2000, 20(3): 50 - 51.
[3] 刘彬, 郑建斌, 白育伟, 等. 3, 5 - diCl - DEPAP 作为锌的络合滴定指示剂的研究[J]. 理化检验: 化学分册, 1991, 27(3): 152, 154.
[4] 吴小华, 陈建荣. 1 - (5 - 溴 - 2 - 吡啶偶氮) - 2 - 萘酚 - 6 - 磺酸作指示剂络合滴定连续测定铜和锌[J]. 分析化学, 1998, 26(7): 876 - 879.
[5] 丘山, 丘星初, 黄曙明, 等. 5 - Br - PADAP 作指示剂滴定黄铜镀液中的锌和铜[J]. 材料保护, 2003, 36(10): 59.