

研究简报

用偶氮磺(Ⅲ)测定甘露醇中微量硫酸根的分光光度法

DETERMINATION OF TRACE AMOUNTS
SULFATE ION IN MANNITOLUM BY INDIRECT
SPECTROPHOTOMETRY USING SULFONAZO (Ⅲ)

辛福言

(中国水产科学研究院黄海水产研究所, 青岛 266071)

Xin Fuyan

(Yellow sea Fishery Research Institute, Chinese Academy of Fishery Sciences, Qingdao 266071)

关键词 偶氮磺(Ⅲ), 甘露醇, 分光光度法

KEYWORDS Sulfonazo (Ⅲ), Mannitololum, Spectrophotometry

硫酸盐含量是判定甘露醇质量的主要指标之一, 目前国内外药典上采用的测定方法仍为目视比浊法。该方法在一定范围内是有效的, 能快速地测定其硫酸根含量, 但测定的准确性则有其局限性。

偶氮磺(Ⅲ)[sulfonazo (Ⅲ), 以下简称R(Ⅲ)]法是测定微量硫酸根的一种较为灵敏的方法, 它较多地应用于河水、雨水等水溶液的分析中, 但未见过用于甘露醇中硫酸根测定的报道。本文研究了其最佳实验条件、方法灵敏度及回收率。在甘露醇溶液中, 微量的阴阳离子对结果不产生严重干扰。

实 验 方 法

(一)试剂与仪器

1. 试剂

硫酸根溶液 称取在105℃干燥2小时的 K_2SO_4 (GR)0.6970克, 溶解后定容到1L, 制成 $4.0 \times 10^{-3}M$ 的溶液。稀释溶液临时配制。

收稿日期: 1993-07-10。

氯化钡溶液 称取 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (AR) 0.2443 克, 溶解后定容至 1L, 制成 $1.0 \times 10^{-4}\text{M}$ 溶液。

R(Ⅱ)溶液 称取 3.8829 克 R(Ⅱ) 在水中溶解后定容至 500ml, 制成 $1.0 \times 10^{-2}\text{M}$ 溶液。稀释溶液临时配制。

0.1M HAC 溶液 量取 6ml 冰醋酸, 加入 1000ml 不含二氧化碳的蒸馏水中。

2. 仪器

PHS—2 型酸度计 UV—265 型紫外可见分光光度计(日本岛津)。

(二) 操作方法

在 50ml 比色管中加入 1 克样品, 用 10ml 微热蒸馏水溶解后加入 1ml 0.1M HAC 溶液, 8ml 乙醇, 1ml $5.0 \times 10^{-4}\text{M}$ 氯化钡溶液, 振荡后放置 30 分钟, 加入 1.4ml $5.0 \times 10^{-4}\text{M}$ 的 R(Ⅱ) 溶液, 定容至 25ml, 5 分钟内在 643 波长下测其吸光度。

结 果 与 讨 论

(一) 吸收光谱

在 1ml 比色池中在 700~500nm 波长下作出 R(Ⅱ) 及 Ba-R(Ⅱ) 吸收光谱, 从而根据其吸收光谱确定测定波长为 643nm, 吸收光谱见图 1。

(二) 乙醇浓度的影响

溶液的吸光度随着乙醇浓度而变化, 当乙醇浓度 < 32% 时, 随着乙醇浓度的增加, 溶液的吸光度逐渐增加, 近似于线性; 当乙醇浓度 > 32% 时, 溶液的吸光度则平缓增加。考虑到甘露醇在水溶液中的溶解度, 将乙醇浓度定为 32%, 使其对吸光度影响较小, 即在 25ml 比色管中加入 8ml 乙醇。吸光度随乙醇浓度的变化见图 2。

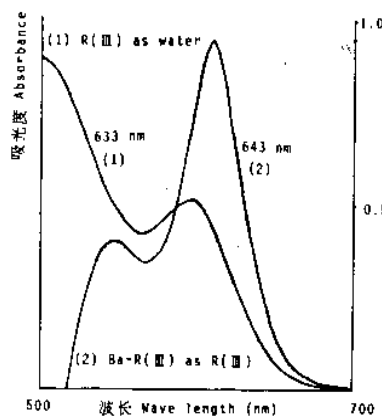


图 1 R(Ⅱ) 及 Ba-R(Ⅱ) 吸收光谱

Fig 1 Absorption spectra of sulforazo (Ⅱ) and barium-sulfonazo (Ⅱ) complex

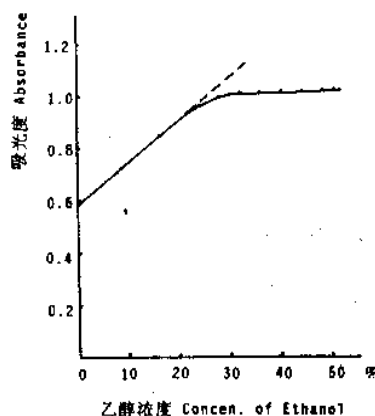


图 2 乙醇浓度的影响

Fig. 2 Effect of ethanol concn.

(三) R(Ⅱ) 溶液浓度的影响

在 50ml 比色管中加入 1ml $5.0 \times 10^{-4}\text{M}$ 氯化钡溶液, 加入不同量的 R(Ⅱ) 溶液。结果

R(Ⅱ)浓度在 $(2.0 \sim 2.8) \times 10^{-5} \text{M}$ 之间吸光度呈线性增加,当R(Ⅱ)超过 $2.8 \times 10^{-5} \text{M}$ 时吸光度平缓增加,见图3。文献[3]指出Ba—R(Ⅱ)络合比为1:1,实验将其浓度比定为0.7:1。从而确定在实验条件下加入 $1.4 \text{ml } 5.0 \times 10^{-4} \text{M}$ 的R(Ⅱ)溶液。

(四)pH值的影响

实验时进行了pH值(酸碱度)对Ba—R(Ⅱ)络合体的影响。结果表明,对于Ba—R(Ⅱ)络合体pH的适宜范围为3~5,pH值过大或过小都影响络合物的吸光度或影响络合物的形成。因此,实验确定溶液的pH值为4左右,即在溶液中加入 $1 \text{ml } 0.1 \text{M}$ HAC溶液。

(五)溶液加入顺序的影响

该法定量的基础是形成难分解的硫酸钡。在实验条件下20分钟后硫酸钡形成完全,吸光度不再明显变化,为了确保反应完全,确定30分钟反应时间。试剂的加入顺序按实验条件所述,能使硫酸钡定量络合。否则,如果乙醇、钡离子、R(Ⅱ)加入顺序不对,硫酸钡生成不完全或不形成硫酸钡,也就无法定量硫酸根离子。因此确定实验条件的试剂添加顺序,最后加入R(Ⅱ)溶液。

(六)工作曲线及硫酸根离子定量

在50ml比色管中加入0,0.2,0.4,0.6,0.8,1.0,1.20ml,25微克/毫升硫酸根离子,在实验条件下测量其吸光度,以吸光度对硫酸根离子浓度作工作曲线,测定样品中硫酸根离子含量。

(七)样品的测定

用该方法测定五个甘露醇样品(工业用),结果见表1。并对每个样品作了五次重复试验,以对其相对标准偏差,并进行了回收率试验(见表1)。

表1 样品测定结果

Table 1 Analytical results of sulfate ion in mannitalum

样品号 Sample No.	测定结果(微克/千克) Result ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	相对标准偏差(%) Relative standard deviation(%)	回收率(%) Recovery (%)
1	4.5	2.2	97.2
2	5.2	1.4	98.0
3	3.1	2.8	98.6
4	7.4	1.2	99.0
5	3.8	4.9	98.2

参 考 文 献

- [1] 宋文质等,1982. 环境科学丛刊,4(10):26—30.
- [2] 内海喻等,1978. 分析化学,27:278—282.
- [3] Osamu Kondo,1982. Haruo Miyata and Kyoji Toei, Anal. Chim. Acta., 134:353—358.
- [4] R. Reijnders, J. J. Van, and B. Griepink, 1980. Fresenius Z. Anal. Chem., 300:273—276.

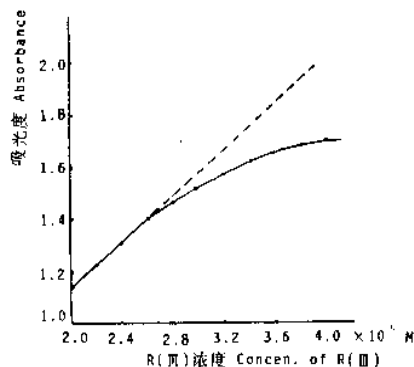


图3 R(Ⅱ)浓度的影响

Fig. 3 Effect of R(Ⅱ) concn.