

分光光度法测定方酸

王莉萍 韩 杰 张春光 狄俊伟^①

(苏州大学化学化工学院 江苏省苏州市 215123)

摘 要 研究了方酸与 FeCl_3 体系显色反应的最佳条件, 建立了分光光度法测定方酸的方法。在 pH 2.1 的 HCl-HAc 溶液中, 有色络合物在 505nm 处有最大吸收, 方酸含量在 0.05—1.0mmol/L 范围内呈良好的线性关系, 其线性相关系数为 0.9995, 检出限为 0.005mmol/L。该方法仪器简单, 操作方便, 应用于样品中方酸的测定结果令人满意。

关键词 方酸, 分光光度法, 铁(III)。

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2007)03-0296-03

1 前言

方酸(Squaric acid), 化学名为 3,4-二羟基-3-环丁烯-1,2-二酮, 分子式为 $\text{H}_2\text{C}_4\text{O}_4$ 。方酸从结构上看并不是一个羧酸, 却有相当强的酸性, 其酸性可与硫酸相比, 是强酸性二元酸, $\text{pK}_1 = 0.5$, $\text{pK}_2 = 3.5$ 。方酸是重要的有机化工原料, 主要用作医药中间体、染料中间体、感光材料中间体等^[1,2]。虽然方酸可与三氯化铁反应呈强紫色, 可作为方酸的定性检验方法, 并可应用于三价铁离子的测定^[2,3], 但是方酸含量的测定却鲜有报道。本文基于三氯化铁的显色反应, 发展为分光光度法测定方酸的方法, 并应用于方酸样品的测定。

2 实验方法

2.1 仪器和试剂

UV-1810 型紫外-可见分光光度计(北京普析通用有限公司); 72G 型分光光度计(上海分析仪器有限公司)。所用实验试剂均为分析纯, 实验用水为去离子水。

2.2 实验方法

用移液管移取一定量的方酸标准溶液于 50mL 容量瓶中, 加入 9mL 的盐酸-醋酸缓冲溶液(pH2.1) 0.10mol/L FeCl_3 溶液 1.0mL, 加去离子水定容并摇匀。10min 后, 用 1.0cm 比色皿, 去离子水作为参比, 在选定的波长对其测定吸光度值。

3 结果与讨论

3.1 吸收曲线

按实验方法, 测得该体系的吸收曲线如图 1。在波长 505nm 处有最大吸收, 且无其他杂质峰干扰, 即选择此波长为测定波长。

① 联系人, 电话: (0512) 65880354; E-mail: djw@suda.edu.cn

作者简介: 王莉萍(1980—), 女, 河南省许昌市人, 硕士研究生, 研究方向: 分析化学。

收稿日期: 2006-11-20; 接受日期: 2006-12-05

3. 2 显色体系的酸度

考察了溶液在不同 pH 值下吸光度变化, 结果表明, 在 pH 2—3 之间, 有较大吸光度值, 同时考虑到 FeCl₃ 易水解, 最终选定最适酸度为 pH= 2. 1。

3. 3 显色剂用量

图 2 反映了显色剂用量对吸光度的影响。实验表明, 加入一定量的显色剂 FeCl₃ 溶液, 显色完全, 继续加入显色剂, 吸光度基本不变。本实验选用 FeCl₃ 显色剂溶液的浓度为 2. 0mmol/L。

3. 4 显色反应时间

按实验方法操作, 反应 3—300min, 结果表明在 5—60min 间吸光度值基本稳定, 60min 后吸光度略有下降, 因此, 显色反应时间选为 10min。

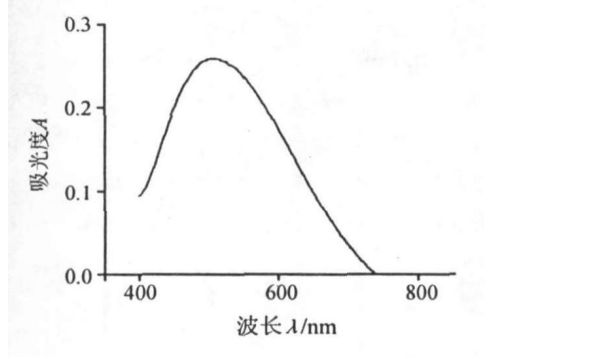


图 1 吸收曲线

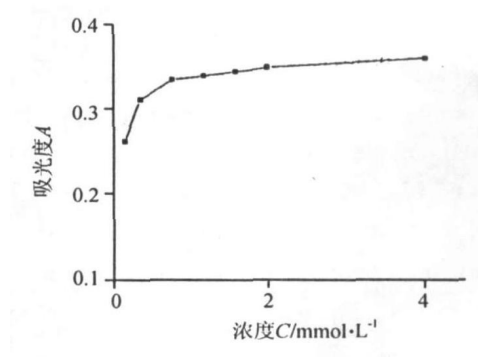


图 2 显色剂用量对吸光度的影响

3. 5 校准曲线和检出限

在上述实验条件下, 方酸浓度在 0. 05—1. 0mmol/L 范围内其吸光度值与浓度呈线性, 线性回归方程为 $A = 0. 040 + 1. 55C(\text{mmol/L})$, 相关系数 $r = 0. 9995$, 检出限为 0. 005mmol/L ($S/N = 3$)。

通过摩尔比法和连续变化法可以确定方酸与铁的络合比为 1 : 1, 与文献[3] 的结果一致。

3. 6 干扰离子的影响

以 0. 2mmol/L 方酸作干扰离子实验, 结果表明: 在 ±5% 误差允许范围内, 至少 20 倍的 Na⁺、K⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、Zn²⁺、Ni²⁺、Al³⁺、NO₃⁻、CO₃²⁻、SO₄²⁻ 离子不干扰测定。

3. 7 样品测定

称取适量方酸样品, 用去离子水溶解, 按实验方法进行测定, 校准曲线法计算结果。加标回收试验时加入 0. 1mmol/L 的标准方酸溶液进行测定。由于方酸是一种强酸, 我们采用标准 NaOH 滴定法进行对照。测定结果见表 1。实验结果满意, 可用于方酸样品的含量检验。

表 1 样品中方酸的含量测定及标准加入回收实验 (n= 3)

样品	本法					滴定法	
	测定值	加标量	测定总量	RSD	回收率	样品含量	样品含量
	(mmol · L ⁻¹)	(mmol · L ⁻¹)	(mmol · L ⁻¹)	(%)	(%)	(%)	(%)
方酸 1	0. 1710	0. 100	0. 2677	1. 9	96. 7	98. 11	98. 50
方酸 2	0. 1742	0. 100	0. 2738	0. 8	99. 6	98. 45	98. 59
方酸 3	0. 1500	0. 100	0. 2532	1. 3	103. 2	97. 77	97. 57

参考文献

- [1] 车庆林, 彭孝军. 方酸的合成进展[J]. 合成化学, 2000, 8(1): 16—21.
- [2] 李猛, 田勇, 马月, 于伟民. 方酸的合成方法[J]. 化学与粘合, 2001, (2): 79—81.
- [3] Stalikas CD, Pappas AC, Karayannis MI, Veltsistas PG. Simple and Selective Spectrophotometric Method for the Determination of Iron (III) and Total Iron Content, Based on the Reaction of Fe(III) with 1, 2-Dihydroxy-3, 4-Diketocyclo-Butene(Squaric Acid) [J]. *Microchim. Acta*, 2003, 142: 43—48.

Spectrophotometric Determination of Squaric Acid

WANG Li-Ping HAN Ji ZHANG Chun-Guang DI Jun-Wei

(College of Chemistry and Chemistry Engineering, Suzhou University, Suzhou, Jiangsu 215006, P. R. China)

Abstract The reaction conditions of squaric acid and FeCl_3 color system were investigated and the spectrophotometric method for determination of squaric acid was developed. At pH 2.1 HCl-HAc , the colored complex exhibits maximum absorption at 505nm, and the linear range for determination of squaric acid is 0.05—1.0mmol/L with a correlation coefficient of 0.9995. The detection limit of the proposed method is 0.005mmol/L. This method is simple and convenient, and has been applied to the determination of squaric acid in samples with satisfactory results.

Key words Squaric Acid, Spectrophotometry, Fe(III) .

关于赠送作者样刊和发放稿酬的通知

各有关作者:

从 2007 年第 1 期起, 本刊赠送作者发表自己论文的当期刊物(样刊), 均按篇赠送 2 本样刊, 用普通印刷品邮寄给作者联系人, 遗失不补(因系赠品)。若遗失或作者另有需要, 请在发表之日起 2 个月之内汇款购买(第 1 期 70 元/本; 其余 40 元/本, 免收挂号邮寄费), 逾期不再办理。

由于普通印刷品邮寄的送达时间不稳定, 若作者急需, 请预交特快专递费(30 元/件)。

给作者发放的稿酬均邮寄给联系人, 请各位联系人接到邮局通知后, 务必及时到邮局领取。若 2 个月未领, 被邮局退回, 本刊不再补发。

特此通知

光谱实验室编辑部

汇款购买地址: 北京市 81 信箱 66 分箱 刘建林, 邮编: 100095