

紫外吸收光谱法测定强力霉素废水中的 5-磺基水杨酸 Determination of Sulfosalicylic Acid in Doxycycline Waste Water by UV Spectrophotometry

吕晓惠, 吴雄志*, 张 富

LV Xiao-hui, WU Xiong-zhi, ZHANG Fu

(桂林理工大学化学与生物工程学院, 广西桂林 541004)

(Department of Chemistry and Biological Engineering, Guilin University of Technology, Guilin, Guangxi, 541004, China)

摘要:依据强力霉素废水组成,使用紫外吸收光谱法测定强力霉素废水中 5-磺基水杨酸。该方法测定 5-磺基水杨酸的线性范围为 $1.0 \times 10^{-7} \sim 7.0 \times 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 线性相关系数为 0.9995 ($n=9$), 检出限为 $6.18 \times 10^{-8} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($n=11$), 相对标准偏差为 0.39% ($n=11$), 加标回收率 98.1%~102.1%。该方法具有设备成本低、操作简单、选择性好、灵敏度高和线性范围宽等优点, 便于实际应用。

关键词:紫外吸收光谱法 5-磺基水杨酸 强力霉素 废水

中图分类号: O657.32 **文献标识码:** A **文章编号:** 1002-7378(2010)03-0282-02

Abstract: Sulfosalicylic acid (SSA) is one of the main toxic pollutants in doxycycline waste water. UV spectrophotometry was employed to determine sulfosalicylic acid in doxycycline waste water. A linear relationship was obtained between the absorbance and the concentration of 5-SSA over the range from 1.0×10^{-7} to $7.0 \times 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ with a correlation coefficient of 0.9995 ($n=9$). The detection limit was $6.18 \times 10^{-8} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($n=11$). The relative standard deviation (RSD) for the determination of 5-SSA ($4.0 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) was 0.39% ($n=11$). The recovery of standard addition was 98.1% to 102.1%. This method was successfully applied to the determination of 5-SSA in doxycycline waste water.

Key words: UV spectrophotometry, 5-sulfosalicylic acid, doxycycline, waste water

5-磺基水杨酸(5-SSA)是一种难化学氧化、难生物降解的取代芳香族化合物,常用作合成染料、催化剂和强力霉素的中间体^[1,2]。5-磺基水杨酸是强力霉素废水中主要污染物之一,直接排放会严重污染环境,对人体造成伤害^[3]。因此,废水中 5-磺基水杨酸的分析测定对于废水治理具有重要意义。目前 5-磺基水杨酸的测定有氢氧化钠滴定法^[4]、电化学法^[5]、分光光度法^[6,7]等,流动注射-化学发光法测定 5-磺基水杨酸的方法尚未见报道。本文在最佳实验条件下,建立测定强力霉素废水中 5-磺基水杨酸的紫外吸收光谱法。该方法具有设备成本低、操作简单、选择性好、灵敏度高和线性范围宽等优点,便于

实际应用。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

UV-1901 型紫外-可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司生产),电子分析天平 AR2130(美国 OHAUS 电子天平公司生产),PHS-29B 型酸度计(上海大普仪器有限公司生产)。

5-磺基水杨酸(5-SSA),氢氧化钠,对甲基苯磺酸(p-TSA),氯化钠,氟化钠,硫酸钠,甲醇,乙醇,醋酸等试剂均为分析纯,实验用水均为二次水。其中,5-磺基水杨酸贮备液($0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$):准确称取 5-磺基水杨酸 2.5420g,用水溶解后转移至 100ml 容量瓶中定容,摇匀,使用时逐级稀释。

1.2 实验方法

准确移取 5-磺基水杨酸溶液于 25ml 比色管

收稿日期:2010-06-20

作者简介:吕晓惠(1985-),女,硕士研究生,主要从事光谱分析研究。

* 通讯作者。

中,用二次水定容至刻度,以二次水作参比,测定所吸收波长处的吸光度。

2 结果与分析

2.1 吸收波长及 pH 值选择

准确移取 $1.0 \times 10^{-4} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 5-磺基水杨酸标准溶液 1.00ml 于 25ml 的比色管中加水定容,得 $4.0 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 5-磺基水杨酸溶液。在 200nm~400nm 进行光谱扫描,图谱如图 1 所示。从图 1 中可以看出 5-磺基水杨酸的吸收波长有 3 个: 208nm、236nm 和 297nm,经试验证明 297nm 处线性范围宽、相关性好、基本无干扰,故选 297nm 作为最佳吸收波长。

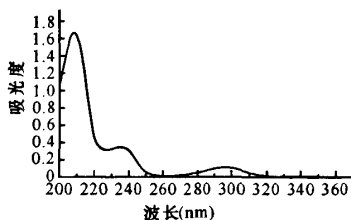


图 1 5-SSA 的紫外-可见吸收光谱

实验表明,5-磺基水杨酸溶液 pH 值在 3~9 之间时其吸光度几乎不受影响,因此,5-磺基水杨酸溶液 pH 值选择在 7 左右。

2.2 共存离子

强力霉素废水中主要污染物除 5-磺基水杨酸外,还有对甲苯磺酸(p-TSA)、氟化钠、氯化钠、硫酸钠、甲醇、乙醇等干扰物质^[7]。因此在优化的试验条件下,考察上述物质对 $4.0 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 5-磺基水杨酸进行测定的干扰情况。相对误差为 $\pm 5\%$ 以内时的测定结果显示,氟化钠、氯化钠、硫酸钠、甲醇、乙醇等干扰物质在紫外区无吸收,对 5-磺基水杨酸的测定不干扰;对甲苯磺酸的紫外吸收波长分别在 222nm 和 265nm 处,在 297nm 处无吸收,对 5-磺基水杨酸的测定也不干扰(详见图 2)。

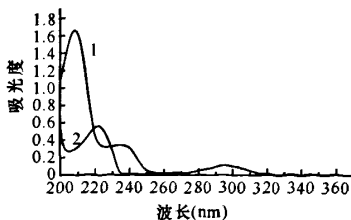


图 2 5-SSA 和 p-TSA 的紫外-可见吸收光谱

1: $4.0 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 5-SSA; 2: $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ p-TSA。

2.3 标准曲线、精密度与检出限

在选定的最佳条件下,在 $1.0 \times 10^{-7} \sim 7.0 \times 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内,5-磺基水杨酸溶液的吸光度与其浓度成线性关系(图 3),回归方程为: $A = 0.01706 + 2.66 \times 10^4 C$ (其中 C 表示 5-磺基水杨酸浓度,其单位为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$),线性相关系数为 0.9995 ($n=9$),检出限为 $6.18 \times 10^{-8} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($n=11$),对 $4.0 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 5-磺基水杨酸进行测定,其相对标准偏差为 0.39% ($n=11$)。

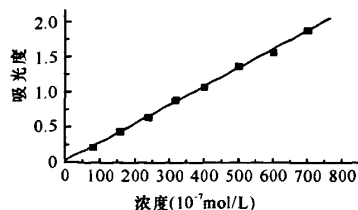


图 3 标准曲线

2.4 样品测定及回收率

强力霉素废水样品取自某药厂,取废水样 1.00ml 置于 100ml 容量瓶中,用二次水稀释至刻度得溶液 a,取 1.00ml 溶液 a 至 25 ml 容量瓶中,用二次水稀释至刻度,得实验水样 1;取 2.00ml 溶液 a 至 25 ml 容量瓶中,用二次水稀释至刻度,得实验水样 2,利用紫外吸收光谱法对稀释后水样 1 和 2 进行 3 次平行测定。表 1 结果显示,测定结果的相对误差在正常误差范围内,说明本文建立的紫外吸收光谱法可用于强力霉素废水中 5-磺基水杨酸的测定。

另取同样的两个样品,向每个样品中分别加入适量的标准溶液并稀释定容至 25ml,再利用紫外吸收光谱法进行 3 次平行测定,计算得样品的测定回收率为 98.1%~102.1%(见表 1)。

表 1 废水样品中 5-磺基水杨酸的测定结果与加样回收率 ($n=3$)

样品	测定值 ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)	RSD (%)	加标量 ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)	回收量 ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)	回收率 (%)
1	3.870×10^{-6}	0	4.000×10^{-6}	7.791×10^{-6}	98.1
2	8.095×10^{-6}	0.27	8.000×10^{-6}	1.625×10^{-5}	102.1

3 结束语

本文依据强力霉素废水组成,建立了强力霉素废水中 5-磺基水杨酸的紫外吸收光谱测定方法。在最佳吸收波长为 297nm,5-磺基水杨酸溶液 pH 值为 7 左右的最佳实验条件下,紫外吸收光谱法测定 5-磺基水杨酸的线性范围为 $1.0 \times 10^{-7} \sim 7.0 \times 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$,线性相关系数为 0.9995 ($n=9$),检出限

(下转第 286 页)

表4 精密度试验结果

分析元素	样品平行测定值($\mu\text{g/ml}$)					平均值	RSD (%)
	1	2	3	4	5		
Pb	0.1491	0.1601	0.1583	0.1585	0.1598	0.1571	3.42
Cd	0.4113	0.3962	0.4061	0.3987	0.3967	0.4018	1.58
Cr	0.0987	0.0962	0.0999	0.1050	0.0967	0.0993	3.37
K	0.6783	0.6761	0.6976	0.6687	0.6768	0.6795	2.17
Na	0.7735	0.8370	0.7562	0.7412	0.8376	0.7891	2.05
Ca	0.3055	0.3216	0.3102	0.3191	0.3221	0.3157	2.19
Mg	0.2561	0.2510	0.2521	0.2587	0.2511	0.2538	1.31
Fe	0.4054	0.4100	0.4205	0.4293	0.4113	0.4153	2.91
Cu	0.2742	0.2750	0.2711	0.2785	0.2767	0.2751	1.35

2.3 方法精密度

从表4精密度试验结果可知,每个样品平行进行5次测定的相对标准偏差为1.31%~3.42%,由此可知该法测得的精密度高,重现性好。

3 结束语

火焰原子吸收光谱法测定Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu等元素含量是一个很成熟的方法,但是对于校准曲线法测定复杂基体中的元素时,由于校准曲线法标准溶液与试样溶液中大量基体存在很大差异,加上待测元素含量又较低,可能引起待测元素的负干扰。姚俊等^[3]试验表明,试样中大量锰对钙、镁的测定无影响,对Pb的测定有负干扰,进而采用碘化钾络合,甲基异丁基酮萃取,分离大量锰,在有机相中用FAAS测定铅。李桂华等^[4]采用一次称样,用1:1HNO₃溶液溶样,电热套内低温加热溶解,煮沸并驱赶氮的氧化物,用标准加入原子吸收分光光度法连续测定锰粉中微量Fe、Pb、Sb、Ca和Cd 5种元素含量,测定结果令人满意。本文试验测定结果表明,采用标准加入曲线法,使标准溶液与试样溶

液的混合液基体和酸度完全一致,采取加大称样量,以利于微量的Pb、Cd、Cr元素含量的测定。样品中大量锰的存在对Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu的火焰原子吸收光谱法测定无影响,方法精密度和准确度能够满足分析的要求。该方法操作简便,分析速度快,结果准确,适用于碳酸锰中Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu杂质元素含量的测定。

参考文献:

- [1] 余国琮,李士雨,张凤宝,等. “化学工程与工艺”专业创新人才培养方案的制定与实践[J]. 天津大学学报: 社会科学版, 2004, 6(1): 1-5.
- [2] 诸爱士,张良全,周孝瑞,等. 化工认识实习改革与基地建设[J]. 浙江科技学院学报, 2003, 15(1): 43-46.
- [3] 姚俊,庞永. 火焰原子吸收光谱法测定碳酸锰中铅、钙、镁[J]. 化学世界, 1995, 36(12): 659-661.
- [4] 李桂华,柳全文,刘军深,等. 原子吸收分光光度法连续测定锰粉中微量Fe、Pb、Sb、Ca和Cd[J]. 分析仪器, 2006(3): 27-29.

(责任编辑: 韦廷宗)

(上接第283页)

为 $6.18 \times 10^{-8} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($n=11$), 对 $4.0 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的5-磺基水杨酸进行测定, 其相对标准偏差为0.39% ($n=11$)。该方法成功应用于强力霉素废水中5-磺基水杨酸的测定, 相对误差在正常误差范围内, 样品的测定回收率为98.1%~102.1%。该方法具有设备成本低、操作简单、选择性好、灵敏度高和线性范围宽等优点, 便于实际应用。

参考文献:

- [1] 邢东志, 谢宝玲. 5-磺基水杨酸合成工艺的改进[J]. 开封医学学报, 1996, 15(1): 23.
- [2] 欧阳华勇. 5-磺基水杨酸的吸附研究[J]. 化学工业与工程技术, 2008, 29(2): 14.

- [3] 王菊思, 赵丽辉, 匡欣, 等. 芳香化合物生物降解性研究[J]. 环境科学学报, 1995, 15(4): 407-415.
- [4] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典: 二部[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1990: 54-60.
- [5] Saeed Shahrokhian, Abdollah Taghani, Ali Hamzeh-loei, et al. Potentiometric membrane sensors based on zirconyl (IV) phthalocyanine for detection of sulfosalicylic acid[J]. Talanta, 2004, 63: 371-376.
- [6] 董奋强, 吴惠玲. 镀银液中磺基水杨酸的测定[J]. 电镀与精饰, 1999, 21(4): 35-37.
- [7] 张凌, 李德亮, 崔节虎, 等. 紫外光谱法同时测定强力霉素废水中磺基水杨酸与对甲苯磺酸[J]. 分析测试学报, 2006, 25(4): 108-110.

(责任编辑: 韦廷宗)