

多元系数校正分光光度法同时测定萘,  $\alpha$ -氯萘和  $\beta$ -氯萘

郝庆秀 刘虹

(郑州大学分析测试中心 450052)

**摘要** 本文研究了萘,  $\alpha$ -氯萘和  $\beta$ -氯萘在环己烷中的紫外吸收光谱, 建立了该三组分同时测定的多元系数校正分光光度法, 回收率在 90%~109% 之间, 相对标准偏差小于 1%, 并与经典解三元方程组法进行了比较, 结果满意。

**关键词** 系数校正 分光光度法 萘  $\alpha$ -氯萘  $\beta$ -氯萘

萘,  $\alpha$ -氯萘,  $\beta$ -氯萘是重要的合成工业和农药生产原料和中间体。氯萘的 GC-MS 法测定<sup>[1]</sup> 已有报道, 萘、 $\alpha$ -氯萘,  $\beta$ -氯萘三组分含量用解三元联立方程组法可同时测定<sup>[2]</sup>, 但该方法所用的吸收系数是由单一组分时求得的, 对混合体系误差较大, 特别是在各组分浓度相差较大时, 测出结果几乎不能反映真实的混合体系。本文用多组已知组成浓度的标准混合溶液确定各测量波长点的吸收系数, 对萘、 $\alpha$ -氯萘,  $\beta$ -氯萘混合体系进行了测定, 即使三组分含量相差 20 倍, 所测结果也很准确。

## 1 原理

对于  $n$  个组分的体系, 按比耳定律有

$$A_i = \sum_{j=1}^n a_{ij} C_j (i=1, 2, \dots, m, j=1, 2, \dots, n, m \geq n) \quad (1)$$

其中  $A_i$  为体系在第  $i$  波长处的吸光度,  $C_j$  为第  $j$  组分的浓度,  $a_{ij}$  为  $j$  组分在第  $i$  波长处的吸收系数, 本文采用已知标准混合溶液校准的方法, 配制  $P$  组浓度已知, 组成比例不同的标准混合溶液, 在选定的各测量波长处测定吸光度:

$$A_{ik} = \sum_{j=1}^n a_{ij} C_{jk} (i=1, 2, \dots, m, j=1, 2, \dots, n, k=1, 2, \dots, p, p \geq n, m \geq n) \quad (2)$$

建立矩阵  $[A] = [a][C]$  (3)

经适当的矩阵运算之后可得系数矩阵:

$$[a] = ([C'] [C'])^{-1} [C'] [A] \quad (4)$$

求出  $[a]$  中各元素后, 即可直接对未知混合溶液进行测定计算。

$$C_x = ([a'] [a])^{-1} [a'] [A] \quad (5)$$

式中  $C_x$  即为被测溶液中各组分的浓度。

## 2 实验部分

## 2.1 仪器与试剂

日立 U-2000 型 UV-VIS 分光光度计 (1cm 比色皿) 分析纯的环己烷。萘、 $\alpha$ -氯萘,  $\beta$ -氯萘均用环己烷制成 2mg/ml 的标准溶液。

## 2.2 实验方法

准确移取适量萘、 $\alpha$ -氯萘,  $\beta$ -氯萘标准溶液于 10ml 的容量瓶中, 用环己烷稀释到刻度, 摇匀, 以环己烷为参比, 在 310~400nm 波长范围内扫描, 每个样品重复测量 5 次。

## 2.3 吸收光谱与测量波长的确定

在 U2000UV/VIS 分光光度计上对萘、 $\alpha$ -氯萘,  $\beta$ -氯萘进行紫外光谱测试, (见图 1), 由图看出,

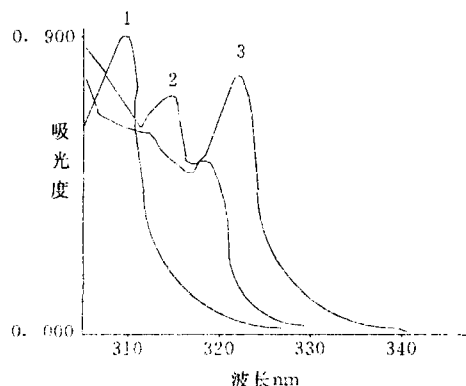


图1 萘、 $\alpha$ -氯萘和  $\beta$ -氯萘的紫外吸收光谱

1.  $5.0 \times 10^{-3}$  mol/L 的萘
2.  $2.0 \times 10^{-3}$  mol/L 的  $\alpha$ -氯萘
3.  $2.5 \times 10^{-3}$  mol/L 的  $\beta$ -氯萘

三者 310~340nm 之间有较大光谱重叠, 三者最大吸收波长分别为 311、315、321nm, 我们初步选择 324、321、318、315、312、310nm 为测定波长。

### 3 结果与讨论

根据上述原理,按实验方法,配制10个标准混合溶液,分别在选定的六个波长下测量吸光

度,计算出 $[a]$ 矩阵,然后对混合样品进行分析测定,计算回收率和相对标准偏差(RSD)并与经典解三元线性方程组法进行比较,结果见下表。

混合试样分析结果

加入量 (mg/10ml)			本法测出量 (mg/10ml)			RSD (%)			方程组法结果 (mg/10ml)		
①	②	③	①	②	③	①	②	③	①	②	③
3.0	1.0	1.0	3.018	0.994	0.994	0.31	0.18	0.22	2.98	0.77	1.13
1.5	4.0	0.4	1.499	4.009	0.360	0.35	0.03	0.30	1.89	2.84	0.78
1.3	0.5	4.0	1.299	0.543	3.952	0.13	0.01	0.09	1.14	1.25	3.05
5.0	2.6	0.2	5.127	2.602	0.195	0.25	0.14	0.39	3.05	3.08	2.23
2.0	3.2	3.2	2.051	3.252	3.124	0.30	0.09	0.27	2.94	3.29	2.59

注:①萘,② $\alpha$ -氯萘,③ $\beta$ -氯萘。

计算回收率在90%~109%之间,结果表明,本方法测得的结果优于解三元方程组法,特别是各组分浓度相差较大时,本方法仍能获得满意的结果。本方法具有快速、准确的特点,仪器操作简单,可用于生产中的快速测定。

#### 参考文献

- [1] Wiedmann T., Ballschmiter K., Fresenius J. Anal. Chem. 1993, 346 (6/a), -800-804.
- [2] 陈国珍,黄贤智,刘文远,郑朱梓,王尊本.《紫外可见分光光度法》,原子能出版社,北京,1987. P170.

## Simultaneous Determination of Naphthalene, $\alpha$ -Chloronaphthalene and $\beta$ -chloronaphthalene by Multivariate factor calibration Spectrophotometric Method

Hao qingxiu Liu hong

(Center of Instrumental Analysis, Zhengzhou University, Zhengzhou 450052)

**Abstract** In this paper, the UV spectral properties of Naphthalene,  $\alpha$ -Chloronaphthalene and  $\beta$ -Chloronaphthalene were studied. The Multivariate factor calibration spectrophotometric method for simultaneous determination of Naphthalene,  $\alpha$ -Chloronaphthalene and  $\beta$ -Chloronaphthalene was developed. The recoveries range between 90%-109%, the relative standard deviation were less than 1%. Compared with linear equation set, the results of the method proper are satisfactory.

**Keyword** Multivariate factor calibration, Simultaneous spectrophotometry Naphthalene  $\alpha$ -Chloronaphthalene  $\beta$ -Chloronaphthalene