

文章编号:1009-038X(2004)05-0101-03

对氯偶氮安替比林分光光度法测定茶叶中的铜

储鸿, 刘丽萍, 张广明

(江南大学 化学与材料工程学院, 江苏 无锡 214036)

摘要:作者研究了铜(II)与对氯偶氮安替比林的显色反应,实验结果表明,在pH值为4.0的缓冲溶液中,铜与对氯偶氮安替比林形成稳定的蓝色配合物,最大吸收波长为632 nm,表观摩尔吸光系数为 $3.78 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 。铜质量浓度在0~1.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内符合比耳定律,该方法可用于茶叶样品中铜(II)的测定。

关键词:铜(II);对氯偶氮安替比林;分光光度法

中图分类号:TS 272.2

文献标识码:A

Spectrophotometric Determination of Copper with p-Chloroantibyrinnazo(PCAA)

CHU Hong, LIU Li-ping, ZHANG Guang-ming

(Chemical Engineering and Material School, Southern Yangtzi University, Wuxi 214036, China)

Abstract: The color reaction of p-chloroantibyrinnazo(PCAA) and Cu(II) has been studied. The apparent molar absorptivity is $3.78 \times 10^4 \text{ L}^{-1} \cdot \text{mol} \cdot \text{cm}^{-1}$. The maximum absorption is at 632nm. Beer's law can be applied in the concentration range of 0 ~ 30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ for Cu(II). The method has been applied for the direct determination of copper in the tea samples with satisfactory results.

Key words: Cu(II); p-chloroantibyrinnazo(PCAA); spectrophotometry

铜是人体必需的微量元素之一,但摄入过量的铜则危害人体健康^[1]。国家食品卫生标准已对食品中铜允许量作出了规定^[2]。铜的测定方法有原子吸收法、示波极谱法、分光光度法等^[3]。近年来,分光光度法测定铜的方法与技术等方面已有很大的发展。

铜的分光光度测定法所选用的显色剂目前已报道的有:二甲酚橙(OX),苯基荧光酮(PF),水杨基荧光酮(SAF),2-[5-溴-(2-吡啶偶氮)]-5-二乙氨基苯酚(5-Br-PADAP),二溴羟基苯基荧光

(DBH—PF),5-硝基水扬基荧光酮(5-NSF),1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN),由于以上显色剂在水中的溶解度稍差,需要通过一定的微乳液增溶增敏后才能得到较好的测定结果^[4~7]。作者选择了一种安替比林类显色剂——对氯偶氮安替比林(PCAA),以pH值4.0的缓冲溶液为介质,实现了显色剂在水中与铜(II)直接进行显色反应的目的。与文献提供的方法比较,本法操作简单,与原子吸收法比较,结果较为可靠。

收稿日期 2003-06-26; 修回日期 2003-10-30.

作者简介:储鸿(1971-),女,江苏宜兴人,讲师,应用化学硕士研究生。
万方数据

1 材料与方法

1.1 主要试剂与仪器

铜(II)标准溶液:准确称取0.2500 g高纯铜,用6 mol/L硝酸溶解后,用水定容至250 mL,得含铜为1 g/L的储备液,逐级稀释至10 μg/mL的工作液备用。

对氯偶氮安替比林溶液:0.05 g对氯偶氮安替比林溶于适量水中,稀释至250 mL,质量分数为0.02%。pH 4.0缓冲溶液:NaAc·3H₂O 20 g,溶于适量水中,加6 mol/L的HAc 134 mL,稀释至500 mL。722型光栅分光光度计:上海第三分析仪器厂产品。

1.2 实验方法

准确移取适量铜(II)标准溶液于25 mL容量瓶中,依次加入NaAc-HAc缓冲溶液3 mL,质量分数为0.02%对氯偶氮安替比林溶液3 mL,用水定容,摇匀;用1 cm比色皿,以试剂空白作参比,室温下在波长632 nm处测定吸光度。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

准确移取2.5 mL铜标准溶液(10 μg/mL),依次加入pH值为5.7的缓冲溶液5 mL,质量分数为0.02%对氯偶氮安替比林溶液1 mL,定容。结果见图1。

2.2 酸度对显色反应的影响

在最大吸收波长632 nm处按上述实验方法,仅改变缓冲溶液的pH值,考察介质酸度影响情况。结果表明,体系结合pH值在3.6~4.5范围内吸光度达到最大且稳定(结果见图2),因此作者选择pH值为4.0的缓冲溶液控制体系酸度。

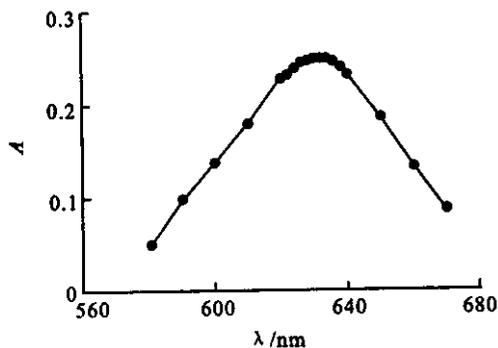


图1 吸收光谱

Fig. 1 Absorption spectra
万方数据

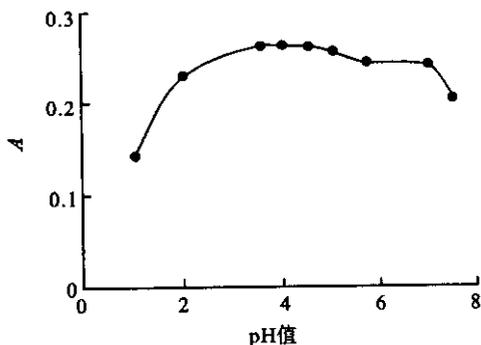


图2 酸度的影响

Fig. 2 The effect of acidity

2.3 缓冲溶液用量

准确移取2.5 mL铜标准溶液(10 μg/mL)于25 mL容量瓶中,加入对氯偶氮安替比林溶液1 mL,改变缓冲液体积用量V,结果表明,pH为4.0缓冲液用量2~7 mL时对吸光度没有太大影响,本实验控制pH为4.0的缓冲溶液用量为3 mL。

2.4 显色剂用量

准确移取2.5 mL铜标准溶液(10 μg/mL)于25 mL容量瓶中,加入pH 4.0缓冲液3 mL,改变显色剂对氯偶氮安替比林用量,考察其影响情况。结果表明,当显色剂用量在1~3 mL时,吸光度逐渐增大,在3~6 mL处吸光度大且稳定,因此控制显色剂用量为3 mL。

2.5 络合物的组成

使用摩尔比法和连续变更法,分别测得络合物的组成为X(Cu):X(PCAA)=1:1。

2.6 共存离子的影响及消除

实验表明,当加入质量分数为1% NaF溶液0.5 mL测定10 μg Cu(II),相对误差在±5%时,共存离子的允许量(以mg计):Al³⁺(10),Mn²⁺(10),Fe³⁺(2),Co²⁺(5),Zn²⁺(5),Mo⁶⁺(5),Pb²⁺(5),Sn²⁺(5),Hg²⁺(5),Ca²⁺(0.5),Fe³⁺(2),Bi³⁺(0.5),Cr³⁺(0.4),Ni²⁺(0.01);K⁺,Na⁺,Mg²⁺,Ba²⁺,F⁻,Cl⁻,NO₃⁻,SO₄²⁻,I⁻,CO₃²⁻对测定没有影响。加入质量分数1% NaF 0.5 mL可使Ca²⁺允许量达2.5 mg。

2.7 工作曲线及灵敏度

取一系列铜标准溶液于25 mL容量瓶中,按实验方法绘制工作曲线,其回归方程为A=0.0242C-0.0074,相关系数R为0.9996。铜(II)质量浓度在0~1.2 μg/mL范围内服从比耳定律,表观摩尔吸光系数3.78×10⁴ L/(mol·cm),其检测限为0.0236 μg/mL。

3 样品分析

3.1 样品处理

分别称取 3 g 茶叶放入 80 ℃ 的烘箱中恒温 4 h, 在 550 ~ 600 ℃ 箱式电阻炉中烘 5 h 左右, 直至完全灰化, 冷却后, 滴加浓硝酸 4 mL, 过氧化氢(质量分数 30%) 数滴进行溶解, 放于电板上加热, 至蒸干时, 加入 5 mL 去离子水, 继续加热, 到不冒白烟为止, 最后转入 50 mL 容量瓶, 依次加入 3 mL 显色剂质量分数 0.02% 对氯偶氮安替比林, 3 mL 缓冲溶液, 0.5 mL 质量分数 1% NaF 溶液, 定容, 摇匀。

3.2 样品测定结果

分光光度法测定结果及原子吸收法测定结果对比见表 1。

表 1 分光光度法与原子吸收法测定结果比较

Tab. 1 Result comparison of spectro photometry and Atom Absorption

茶叶样品	原子吸收法测定值/($\mu\text{g/g}$)	本法测定值/($\mu\text{g/g}$)
A	26.68	23.94
B	11.41	10.21

参考文献:

- [1] 孔祥瑞. 必需微量元素的营养生理及临床意义[M]. 合肥: 安徽出版社, 1992. 177 - 234.
- [2] 中国预防医学科学院标准处. 食品卫生国家标准汇编(4)[M]. 北京: 中国标准出版社, 1997. 111.
- [3] 国家技术监督局. 食品卫生检验方法(理化部分)[M]. 北京: 中国标准出版社, 1997. 52 - 55.
- [4] 高升平. 非离子型微乳液对铜—二甲酚橙分光光度分析的增敏作用[J]. 安徽师大学报(自然科学版), 1996, 19(2): 125 - 129.
- [5] 付佩玉, 曹伟, 王正祥, 等. 微乳液介质中 5-硝基水杨基荧光酮光度法测定铜(II)[J]. 理化检验—化学分册, 2001, 37(11): 512.
- [6] 王绍艳, 葛春星, 于淑萍. 微乳液介质-1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚光度法测定水中微量铜[J]. 鞍山钢铁学院学报, 1997, 20(2): 148 - 150.
- [7] 刘兆霖, 陈余君, 付大友. 在微乳液中 5-Br-PADAP 光度法测食品中铜. 中国卫生检验杂志[J]. 2001, 11(4): 391 - 393.

(责任编辑 朱明)