

# meso-四(4-氯苯基)卟啉测定 小麦面粉中痕量铅的研究

周连文

(德州学院化学系, 山东德州 253023)

**摘要:**建立了一种测定小麦面粉中痕量铅的新方法,研究了在 Tween-80 存在下,铅与非水溶性试剂 meso-四(4-氯苯基)卟啉的显色反应条件,提出了一个高灵敏度测定铅的分光光度法。络合物的最大吸收波长为 466nm,组成摩尔比为 1:1,铅含量在 0~6mg/10mL 范围内有较好的线性关系,表观摩尔吸光系数为  $1.74 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ,并将其应用于面粉中痕量铅的测定,结果令人满意。

**关键词:**铅,卟啉,分光光度法

## Determination of trace lead in wheat with T(4-CIP)P by spectrophotometric

ZHOU Lian-wen

(Department of Chemistry, Dezhou University, Dezhou 253023, China)

**Abstract:** A new determination method of trace lead in wheat was established. It described a chromogenic reaction of Pb(II) with T(4-CIP)P in the presence of Tween-80. A highly sensitive and selective method for the determination of Pb(II) was developed. The sorlet band of the complex lies at 466nm. Beer's law was obeyed for lead in the range of 0~6mg/10mL. The molar ratio of complex is 1:1, apparent molar absorptivity was  $1.74 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ . This method was applied to determine lead in wheat sample with satisfactory results.

**Key words:** lead; porphyrin; spectrophotometry

中图分类号: TS207.5<sup>+</sup>1

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2008)04-0277-02

铅是一种有蓄积性的有害元素,长期低剂量接触,将对人体产生极大的危害,它损害人体中枢神经系统、造血器官、肾脏,儿童的铅中毒表现为生长和智力发育受损<sup>[1]</sup>。随着社会的发展,人们对健康的需求提高,对铅污染的控制越来越严格。面粉是食品主要原料,因此,建立一种快捷的面粉铅检测方法,具有十分重要的意义。铅含量检测常采用原子吸收法,受仪器限制难以实现。卟啉类试剂是一种高灵敏显色剂,在光度分析中占有重要的地位<sup>[2-5]</sup>。非水溶性试剂 meso-四(4-氯苯基)卟啉[简称 T(4-CIP)P]作为显色剂测定铅的研究至今尚未见报道。本实验研究了 T(4-CIP)P 与铅络合显色的反应条件,结果表明,在 Tween-80 存在下, pH 为 12 的溶液中,络合物的最大吸收波长为 466nm,表观摩尔吸光系数为  $1.74 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ,是分光光度法测定痕量铅的最为灵敏的方法之一,同时操作较为简便。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

铅标准溶液 准确称取 1.6293g 硝酸铅,用水溶解,定容于 1L 容量瓶中,配成 1mg/mL 的溶液,使用时再稀释至 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; 卟啉溶液 分别称取一定量的卟啉,溶于 N,N-二甲基甲酰胺(DMF)中,配成浓度为 0.002g/mL 的溶液; Tween-80 溶液 100g/L; NaOH 溶液 1%; 面粉。

721B 分光光度计、UV-265 紫外可见分光光度计、pHs-2 酸度计 上海第三分析仪器厂。

### 1.2 实验方法

1.2.1 在 10mL 比色管中,依次加入一定量的铅标准溶液,加入 Tween-80 溶液、卟啉溶液、1% 的 NaOH 溶液,摇匀,沸水浴加热,流水冷却至室温,用蒸馏水稀释至 10mL,用 1cm 比色皿,以相应试剂空白作参比,在 467nm 处,测定络合物吸光度。

1.2.2 准确称取 0.5g 面粉于聚四氟乙烯坩埚中,加入少量水润湿,加 2mL HNO<sub>3</sub>, 3mL HCl 浸泡 12h,加入 1mL HClO<sub>4</sub>,放入钢制压力容器中,拧紧上盖,置于烘箱 170℃ 赶酸至近干,加水洗入容量瓶中定容备用。

## 2 结果与讨论

### 2.1 吸收光谱

按实验方法,配制卟啉与铅(II)的显色溶液、试剂空白,测定其吸光度。由图 1 可知,在 Tween-80 存在下,试剂在 420nm 左右有一强吸收峰,配合物在 466nm

收稿日期: 2007-08-10

作者简介: 周连文(1967-),女,硕士,副教授,主要从事卟啉研究。

基金项目: 河北省自然科学基金资助项目(203147)。

左右有一强吸收峰,二者能很好地分开。

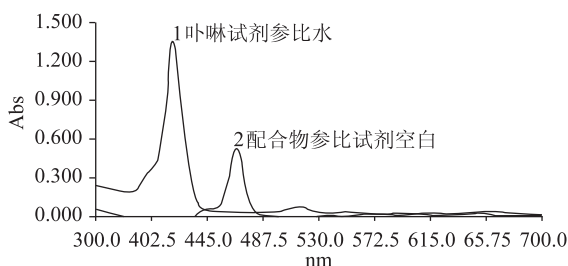


图1 吸光光谱

## 2.2 形成配合物的条件

**2.2.1 pH 的影响** 溶液的酸度对显色反应的影响较大,实验表明,当溶液在酸性或中性条件下时,几乎无配合物生成。吡啉的配合物在较强的碱性条件下才能生成,其 pH 最佳范围为 12 左右,可用 1% 的 NaOH 调节,其最佳用量为 1.2mL。

**2.2.2 加热时间与稳定性** 室温下,试剂和铅(II)几乎不发生反应。如在沸水浴中加热 15min,络合显色反应不需加任何催化剂即可完成。配合物可稳定 4h 以上。

**2.2.3 表面活性剂的影响** 对表面活性剂十二烷基磺酸钠、十二烷基苯磺酸钠、十六烷基吡啶、溴化十六烷基三甲铵、Tween-80 等进行了实验,结果表明:Tween-80 效果最好,有较好的增溶作用,且吸光度明显增大,Tween-80 与其它表面活性剂混合使用或单独使用效果相同,所以选择 Tween-80 为增溶剂,其用量为 1.0mL 时,效果最佳。

**2.2.4 吡啉试剂的用量** 0.002g/mL 吡啉试剂用量在 1.2mL 时,吸光度达最大,且反应完全,选用 1.2mL。

## 2.3 配合物的组成

运用摩尔比法和连续变化法测定配合物的组成,结果表明,铅离子与吡啉摩尔比为 1:1。

## 2.4 标准曲线和灵敏度

取不同量的铅(II)标准溶液于 10mL 比色管中,按实验步骤操作,绘制标准曲线。结果表明,铅的含量在 0~6mg/10mL 范围内呈线性关系,回归方程为:  $A = 0.13933 + 0.05555c$ , 相关系数  $r = 0.99918$ , 表观摩

(上接第 276 页)

分析方法与 AOAC 993.32 相近,但具有快速的优点。

### 参考文献:

- [1] Chin-En Tsai, Fusao Kondo. Liquid Chromatographic Determination of Fluorescent Derivative of Six Sulfonamides in Bovine Serum and Milk [J], AOAC, 1995, 78(3): 674~678.
- [2] 徐士新. 我国兽药残留工作现状[J]. 中国动物保健, 2000(10): 3~4.
- [3] 盛圆贤, 徐士新, 袁宗辉, 沈建忠. 动物源性食品安全的国际标准[J]. 中国兽药杂志, 2002, 36(5): 11~18.
- [4] 李俊锁, 秋月明, 王超. 兽药残留分析[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2002. 124~140.
- [5] 李银生, 曾振玲. 兽药残留的现状与危害[J]. 中国兽药杂志, 2002, 12(1): 21~23.

尔吸光系数为  $1.74 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

## 2.5 共存离子的影响

当测定 5mg 铅离子时,吸光度改变小 5% 时,可允许存在下列共存离子 (mg)  $\text{K}^+$  (1000);  $\text{Na}^+$  (1000);  $\text{Mn}^{2+}$  (20);  $\text{Mg}^{2+}$  (50);  $\text{Cd}^{2+}$  (20);  $\text{Zn}^{2+}$  (25);  $\text{Co}^{2+}$  (20);  $\text{Cr}^{3+}$  (20);  $\text{Cu}^{2+}$  (25);  $\text{Cr}^{6+}$  (25);  $\text{Ni}^{2+}$  (40);  $\text{Ca}^{2+}$  (50);  $\text{Fe}^{3+}$  (20);  $\text{NH}_4^+$  (1000)。

## 2.6 样品分析

量取样品,加入 1.2mL 吡啉试剂、1.0mL Tween-80 溶液,滴加 1% 的 NaOH 调至溶液 pH 约 12,摇匀,加热 15min,流水冷却至室温,定容。样品测定结果和回收率见表 1。

表 1 样品测定结果和回收率

样品含量 ( $\mu\text{g}/10\text{mL}$ )	加入量 ( $\mu\text{g}/10\text{mL}$ )	五次平均值 ( $\mu\text{g}/10\text{mL}$ )	回收率 (%)
0.06	0	0.0583	97.0
0.06	0.01	0.0589	94.7
0.06	0.02	0.0576	96.0

## 3 结论

本文用 meso-四(4-氯苯基)吡啉测定小麦面粉中痕量铅,加标回收率为 94.7%~97.0%,该方法快速、准确、可靠,为面粉中铅的检测提供了一种比较实用简便的分析方法。

### 参考文献:

- [1] 苗健. 微量元素与相关疾病[M]. 郑州:河南医科大学出版社,1997. 168~169.
- [2] 吴继魁,俞善辉,王麟生,等. meso-四[3,5-二(三氟甲基)苯基]吡啉与镉的显色反应研究[J]. 分析试验室, 2005, 24(4): 64~68.
- [3] 许光军,刘彦钦,韩士田,等. 吡啉吡啶季铵盐与铜(II)显色反应的研究[J]. 理化检验:化学分册, 2003, 39(12): 723~724.
- [4] 杨会琴,李桂琴,韩士田. TNPP(四硝基吡啉)测定奶粉中锌的含量[J]. 食品科学, 2007, 28(5): 278~280.
- [5] 方梅,胡守坤. 吡啉化合物在光度分析中的应用新进展[J]. 岩矿测试, 1991(3): 318~324.
- [6] 王立,汪正范,牟世芬,丁晓静编著. 色谱分析样品前处理[M]. 北京:化学工业出版社, 2004. 265~267.
- [7] Dr William Horwitz. AOAC Official Method 993.32, Drugs & Food Additives In Animal Tissues. Official Methods of Analysis of AOAC International[M]. AOAC International, 17th edition, 2000, chapter 23: 12~16.
- [8] 郎印海,蒋新,赵振华,赵其国. 土壤中 13 种有机氯农药超声波提取方法研究[J]. 环境科学学报, 2004, 24(2): 291~296.
- [9] W Bargo, G Carignan, J Jenkins, et al. Liquid Chromatographic Determination of Multiple Sulfonamide Residues in Bovine Milk: Collaborative Study [J]. AOAC, 1994, 77(5): 1112~1122.
- [10] 盛龙生,何丽一,许连连. 药物分析[M]. 北京:化学工业出版社, 2003. 5~80.