

5-Br-PADAP全差示分光光度法 测定人发中的铁

薛光

(中国人民武警部队黄金第十支队)

摘 要

本文研究了 Fe^{2+} -5-Br-PADAP-曲通X-100络合体系的显色反应。在pH3.3醋酸-醋酸钠缓冲溶液中,络合物的最大吸收 $\lambda_{\text{max}}=565\text{nm}$,摩尔吸光系数 $\epsilon=6.0\times 10^4$,络合物的组成比 Fe^{2+} :5-Br-PADAP=1:3。铁量在0—12.5 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ 范围内符合比尔定律,利用全差示分光光度法测定了人发中的铁,结果满意。

5-Br-PADAP胶束增溶分光光度法测定铁已有报道^[1],但尚未见用于分析人发中的铁。本文提出一种采用 Fe^{2+} -5-Br-PADAP-曲通X-100显色体系全差示分光光度技术,测定人发中痕量铁的新方法。结果表明,方法的灵敏度高,摩尔吸光系数 $\epsilon=6.0\times 10^4$;选择性好,人发中常见元素均不干扰测定;稳定性好,放置4h,吸光度基本不变。经样品验证,结果满意。

实 验 部 分

仪器和试剂

7215型全差示分光光度计(青岛建材研究所产品)。

铁标准溶液 储备液浓度为1mg/ml,工作液浓度为10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

5-Br-PADAP 0.05%乙醇溶液。

醋酸-醋酸钠缓冲溶液 pH5,称取结晶醋酸钠200g,加水溶解,再加入乙酸9ml,稀释至1L。

抗坏血酸溶液 1%水溶液。

曲通X-100溶液 2%水溶液。

EDTA溶液 5%水溶液。

试验方法

吸取10 μg 铁(III)于25ml容量瓶中,加入1%抗坏血酸1ml,丙酮2ml,醋酸-醋酸钠缓冲溶液2ml,0.05%5-Br-PADAP 0.5ml,1%曲通X-100 1ml,摇匀。然后加入5%EDTA 0.5ml,用水定容。放置5min。以试剂空白为参比,用 $L=1\text{cm}$ 比色皿,于

$\lambda = 565\text{nm}$ 处, 在全差示分光光度计上测量溶液的吸光度。

吸收曲线

由图 1 可见, 在曲通X-100存在下, Fe^{2+} -5-Br-PADAP-曲通X-100显色体系的最大吸收波长约在565nm处, 在此波长下对比度高, 空白值低, 其摩尔吸光系数 $\epsilon = 6.0 \times 10^4$ 。

酸度的影响

试验表明, Fe^{2+} -5-Br-PADAP-曲通X-100显色体系的最佳酸度为pH3.3—6.5, 在此酸度下吸光度最大且稳定, 并有利于 EDTA 掩蔽干扰元素, 选用的pH为5。

表面活性剂的选择

试验了表面活性剂对 Fe^{2+} -5-Br-PADAP的增溶增敏作用。结果表明, 阳、阴、非离子表面活性剂对于 Fe^{2+} -5-Br-PADAP均有明显的增溶增敏作用。但阳离子表面活性剂在人发溶液中易析出沉淀, 不能使用(表 1), 本试验采用曲通X-100为增溶增敏剂。

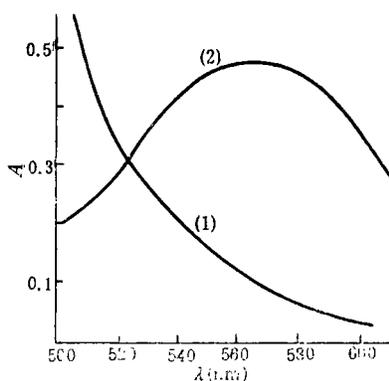


图 1 吸收曲线

曲线 1 5-Br-PADAP 溶液 (对水)

曲线 2 Fe^{2+} -5-Br-PADAP-曲通 X-100(对试剂空白)

Fig. 1 Absorption curves

表 1 表面活性剂的选择

Table 1 Selection of surfactants

显色体系	λ_{max}	ϵ	在人发溶液中
Fe^{2+} -5-Br-PADAP-CTMAB	560	5.3×10^4	白色沉淀
Fe^{2+} -5-Br-PADAP-CPB	555	6.0×10^4	白色沉淀
Fe^{2+} -5-Br-PADAP-Zeph	563	6.3×10^4	白色沉淀
Fe^{2+} -5-Br-PADAP-曲通X-100	565	6.0×10^4	透明溶液
Fe^{2+} -5-Br-PADAP-吐温-80	560	5.3×10^4	透明溶液
Fe^{2+} -5-Br-PADAP-SLS	555	5.3×10^4	透明溶液
Fe^{2+} -5-Br-PADAP-聚乙烯醇	563	4.0×10^4	透明溶液

试剂用量

试验表明, 对于 $10\mu\text{g Fe}^{2+}$, 0.05% 5-Br-PADAP用量在0.15—1ml范围内吸光度恒定, 故选用 0.5ml。醋酸-醋酸钠缓冲溶液用量在 5ml 以内对吸光度无影响, 故选用 2 ml。曲通X-100和丙酮对 Fe^{2+} -5-Br-PADAP都具有增溶增敏作用, 固定2ml加入量, 1%曲通X-100用量在3ml以内对吸光度无影响, 选用量为1ml。加入 EDTA 是为掩蔽铜、锌、铅及其它干扰离子, 其加入量与试剂的加入顺序有关。EDTA在显色剂之前加入, 会降低显色反应的吸光度, 但在丙酮和乙醇存在下, EDTA对吸光度无影响。

干扰元素的影响

试验表明, 对于 $10\mu\text{g}$ 铁(II), 在0.5ml 5% EDTA存在下, 下列离子 (μg) 不干扰测定, Ca^{2+} , Mg^{2+} , Al^{3+} (100); Cu^{2+} (100); Ni (200); Cr^{3+} , Ti^{4+} (400), As^{3+}

(100); Zr^{4+} (100), Zn^{2+} (200); 括号中的 μg 数均不是最大量。

比尔定律的适用范围

试验表明, 在25ml体积中, 铁量在 0—12.5 μg 范围内符合比尔定律, 在测定条件下, 用饱和法测得表观摩尔吸光系数 $\epsilon = 6.0 \times 10^4$, 采用全差示分光光度法绘制了在微量范围内铁的低差示校正曲线, 结果见图2、3。

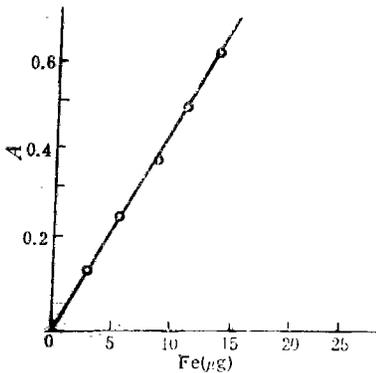


图 2 比尔定律的适用范围

Fig.2 Effective range of Beer's law

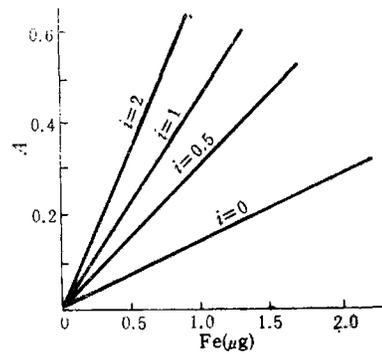


图 3 低差示校正曲线

Fig.3 Low-differential calibration curve

络合物的组成

采用等摩尔连续变化法和摩尔比法, 测得了在曲通 X-100 存在下, Fe^{2+} -5-Br-PADAP络合物的组成为1:3。

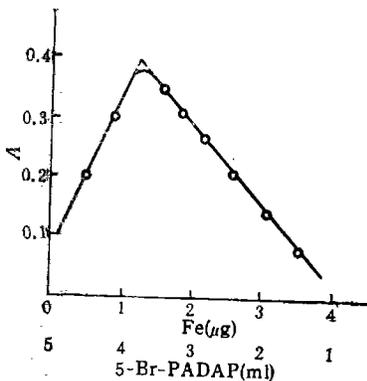


图 4 等摩尔连续变化法测定络合物中铁与 5-Br-PADAP的组成比

$(\text{Fe}^{3+}) = (5\text{-Br-PADAP}) = 5.0 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$

Fig.4 Estimation of ratio of Fe^{3+} and 5-Br-PADAP in complexes by continuous variation method

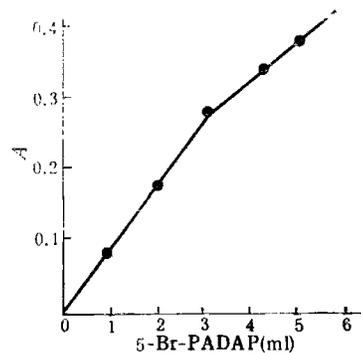


图 5 等摩尔比法测定络合物中铁与 5-Br-PADAP的组成比

$(\text{Fe}^{3+}) = (5\text{-Br-PADAP}) = 5.0 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$

Fig.5 Estimation of ratio of Fe^{3+} and 5-Br-PADAP in complexes by method of mole ratio

人发中铁的测定

1. 人发的洗涤 用不锈钢剪刀将发样剪成长0.5cm, 用1%的海鸥洗涤剂浸泡0.5h, 并不断搅拌, 除去洗液。重复操作一次, 然后用蒸馏水洗净泡沫, 于80℃保温2h后, 贮存备用。

2. 消解 准确称取0.1—0.5g发样, 放入50ml高型烧杯中, 加入混酸(HNO₃: HClO₄ = 4:1)3—5ml。在低温电热板上加热溶解, 并蒸发至0.5ml左右(勿蒸干)。冷却, 加少量水溶解, 转移到50ml容量瓶中, 定容, 摇匀。

3. 光度测定 吸取10ml制备液于25ml容量瓶中, 加1ml抗坏血酸, 2ml丙酮, 2ml醋酸-醋酸钠缓冲溶液(pH=5.0), 0.5ml 0.05% 5-Br-PADAP, 1ml 1%曲通X-100, 于摇匀后, 再加入0.5ml EDTA。用水定容, 摇匀, 并于565nm波长处, 选用1cm比色皿, 在全差示分光光度计上测量吸光度。

标准回收及样品分析结果见表2、3。

表2 标准回收试验

Table 2 Standard recovery test

样号	加入铁(Ⅰ) (μg)	测定铁(Ⅰ) (μg)	含量 (ppm)	回收率 (%)
发样1*	0	2.8	28	96
	2.5	5.2		
	5.0	8.0		
发样2*	0	3.0	30	96
	2.5	5.4		
	5.0	7.8		
发样3*	0	2.1	21	112
	2.5	4.7		
	5.0	7.3		

表3 发样中铁的分析结果

Table 3 Analytical results of iron in hair samples

样号	推荐值 (ppm)	本法(ppm)		标准偏差	变动系数 (%)
		单次测定值	平均值		
发样1*	30	32, 30, 28, 34, 31	31	4	0.13
2*	29	33, 28, 34, 27, 25	31.4	7.8	0.25
3*	25	20, 18, 22, 17, 23	20	5	0.25
4*	14	16, 18, 15,	16.3		
5*	21	22, 18, 19	19.7		

参 考 文 献

[1] 吴新民, 1987. 理化检验(化), 23(2): 95.

1988年7月18日收到。

FULL DIFFERENTIAL SPECTROPHOTOMETRIC
DETERMINATION OF IRON IN HAIR
WITH 5-Br-PADAP

Xue Guang

(Laboratory for Detachment of Gold Mining, Chinese People's Armed Police Unit).

ABSTRACT

The colour reaction of Fe^{2+} with 5-Br-PADAP and Triton X-100 in HAc-NaAc buffer solution has been studied. At pH 3.3, there is a maximum absorbance at 565nm and the molar absorptivity is 6.0×10^4 . The molar ratio of the complex is 1:3. Beer's law is obeyed in the range of 0—12.5 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ of iron. The method has been used to determine iron in hair with satisfactory results.