

α-乙酰-γ-丁内酯显色测定铁含量方法的研究*

张艳红 马燕红 于海英

(山西大学化学化工学院,太原 030006) (山西大学生命科学与技术学院,太原 030006)

摘要 在 pH 4.8 的邻苯二甲酸氢钾 - 氢氧化钠缓冲溶液中, Fe^{3+} 与 α -乙酰- γ -丁内酯形成稳定的络合物, 最大吸收波长为 480 nm, 络合物的表观摩尔吸光系数 (ε) 为 $3.6 \times 10^3 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$, Fe^{3+} 的质量浓度在 0 ~ 40 $\mu\text{g}/(10 \text{ mL})$ 范围内符合比耳定律。该方法测定铝合金和多维元素片(21)中微量的铁, 回收率为 99.3% ~ 114.3%, 相对标准偏差为 1.87% ($n=8$)。

关键词 α -乙酰- γ -丁内酯 铁 显色反应 铝合金 多维元素片(21)

铁是人体所必需的营养元素之一, 测定药品中铁的含量对营养学、病理学、临床诊断都有重要意义。铁在大多数铝合金中属于杂质, 铁在这些铝合金中的最高限量为 0.003% ~ 1%, 因此, 铝合金中痕量或微量铁的准确测定极为重要。微量铁的测定方法有分光光度法, 原子吸收光谱法, 极谱法等^[1-7]。分光光度法测定铁的显色剂已有多种, 但是以 α -乙酰- γ -丁内酯(ABL)作显色剂未见报道。

笔者系统地考察了 ABL 与 Fe^{3+} 显色反应的条件, 并建立了 ABL 为显色剂光度法测定 Fe^{3+} 含量的方法, 该显色反应的显色速度快, 稳定性好。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

分光光度计: UV2550 型, 日本岛津公司;

Fe^{3+} 标准溶液: 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确称取 0.4813 g $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 用适量水溶解, 然后逐滴加入浓硫酸 0.5 mL, 用水稀释, 并定容至 100 mL, 得 $1 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$ 的 Fe^{3+} 标准溶液。准确吸取 3.57 mL 上述溶液, 用水稀释, 并定容至 100 mL;

α -乙酰- γ -丁内酯(ABL): 99.7%。寿阳精细化工厂;

ABL 溶液: 10% (体积比)。准确吸取 10 mL ABL, 用水稀释, 并定容至 100 mL;

邻苯二甲酸氢钾 - 氢氧化钠缓冲溶液: pH 为 4.8。将 25.0 mL 0.2 mol/L 的邻苯二甲酸氢钾溶液与 17.5 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液混匀, 加水稀释, 并定容至 100 mL;

实验所用其它试剂均为分析纯;

实验用水为蒸馏水。

1.2 实验方法

取一定量的 Fe^{3+} 标准溶液或适量待测样品溶液于 10 mL 的比色管中, 加入 ABL 溶液 6 mL 及邻

苯二甲酸氢钾 - 氢氧化钠缓冲溶液 0.5 mL, 并补充蒸馏水至刻度混匀, 放置 3 min。用 1 cm 比色皿, 以试剂空白为参比, 于 480 nm 测定吸光度 A 。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

按 1.2 实验方法, 对 1 mL Fe^{3+} 标准溶液进行测定, 吸收光谱图见图 1。

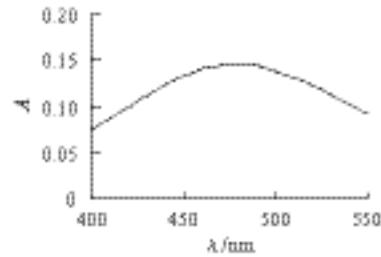


图 1 吸收光谱

由图 1 可知, Fe^{3+} 与 ABL 形成络合物的最大吸收波长为 480 nm。

2.2 酸度的影响及缓冲溶液用量

按 1.2 实验方法, 用 0.1 mol/L 的盐酸和氢氧化钠调节 pH 值, 吸光度值随着 pH 值的增大而增大, 但当 pH > 5 时, 溶液开始有沉淀出现。所以, 在 pH 5 左右时 Fe^{3+} 与 ABL 形成的配合物体系有最大且稳定的吸光度。本实验选用 pH 4.8 的邻苯二甲酸氢钾 - 氢氧化钠缓冲溶液, 其适宜用量为 0.5 mL。

2.3 显色剂的用量

按 1.2 实验方法, Fe^{3+} 标准溶液用量为 2.0 mL, 对显色剂用量进行选择试验, 分别加入 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0 mL ABL 溶液。当 ABL 溶液的用量为 6.0 ~ 7.0 mL 时, 吸光度最大且稳定,

* 山西省科委攻关项目(2006031204)

收稿日期: 2008-03-20

故实验选择 ABL 溶液的用量为 6.0 mL。

2.4 稳定性

按 1.2 实验方法, Fe^{3+} 标准溶液用量为 1.0 mL 时, 对络合物的稳定性进行考察。3 min 第一次测定, 5 min 再测定, 接着每隔 5 min 测定一次, 连续考察 140 min。试验表明, 该络合物在 3 min 之内可完全络合, 在 140 min 之内吸光度基本保持不变。

2.5 线性及相关系数

分别取 Fe^{3+} 标准溶液 0.1、0.5、0.8、1.0、1.5、2.0 mL, 按照 1.2 实验方法测定吸光度。对吸光度 A 与浓度 c [$\mu\text{g}/(10 \text{ mL})$] 进行线性回归, 得线性回归方程为 $A = 0.1123c + 0.0046$, 相关系数 $r = 0.9978$, 表观摩尔吸光系数 $\varepsilon = 3.6 \times 10^3 \text{ L/(mol} \cdot \text{cm)}$, Fe^{3+} 的浓度在 0~40 $\mu\text{g}/(10 \text{ mL})$ 范围内符合比耳定律。

2.6 精密度试验

取 1.0 mL Fe^{3+} 标准溶液, 按 1.2 实验方法测定吸光度, 平行测定 8 次, 试验结果见表 1。由表 1 可知, RSD 为 1.87%, 说明本方法精密度良好。

表 1 精密度试验结果

吸光度				RSD/%
0.103	0.103	0.105	0.100	
0.102	0.100	0.103	0.105	1.87

2.7 共存物质干扰试验

按 1.2 实验方法, 测定 20.0 $\mu\text{g} \text{ Fe}^{3+}$, 其测量误差在 $\pm 5\%$ 范围内时, 允许以下物质(以 mg 计)共存: SO_4^{2-} 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Na^+ 、 Zn^{2+} 、 Al^{3+} 、 Ag^+ 、 Ca^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cd^{2+} (10), Mn^{2+} 、 Mg^{2+} (5), Cu^{2+} 、 Co^{2+} (0.5), Ba^{2+} (0.02)。

2.8 样品测定与回收试验

2.8.1 铝合金样品

准确称取 0.9062 g 铝合金样品, 加入 20.0 mL 盐酸溶液(1+1)溶解, 反应结束后, 滴加 1.0 mL 过氧化氢(30%), 低温加热蒸发近干, 再加入 5 mL 盐酸溶液(1+1), 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀^[8], 临用前过滤。取 1 mL 溶液, 按 1.2 实验方法进行测定, 并与邻二氮菲分光光度法^[9]测定结果进行比较, 两者的相对偏差为 1.4%, 测定同时加入 10 $\mu\text{g} \text{ Fe}^{3+}$ 标准溶液进行回收试验, 分析结果经换算后分别列于表 2、表 3 中。

表 2 样品中 Fe^{3+} 含量的测定结果

方法	测定值/ μg			平均值/ μg
本法	12.035	12.208	12.208	12.150
邻二氮菲法	12.204	12.296	12.479	12.326

表 3 回收试验结果

本底值/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%
12.15	10	22.251	101.0
12.15	10	22.078	99.3
12.15	10	22.424	102.7

2.8.2 多维元素片(21)样品

将多维元素片(21)粉碎成粉末, 准确称取 0.1253 g 置于 250 mL 烧杯中, 加入王水消化, 在电热板上加热至近干, 用水溶解, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀^[10], 临用前过滤。取 2 mL 溶液, 按 1.2 实验方法进行测定, 并与邻二氮菲分光光度法测定结果进行比较, 两者的相对偏差为 1.8%, 同时加入 10 $\mu\text{g} \text{ Fe}^{3+}$ 标准溶液进行回收试验。分析结果分别列于表 4、表 5 中。

表 4 将多维元素片(21)中 Fe^{3+} 含量的测定结果

方法	测定值/ μg			平均值/ μg
本法	12.900	13.074	13.247	13.074
邻二氮菲法	12.702	12.995	12.849	12.849

表 5 回收试验结果

本底值/ μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%
13.074	10	24.329	112.6
13.074	10	24.502	114.3
13.074	10	24.329	112.6

3 结论

ABL 能与铁迅速反应生成配合物, 且配合物稳定, 线性范围宽。虽然部分金属离子有一定的干扰, 但对低含量金属离子的样品, ABL 对铁有很好的选择性。ABL 为显色剂, 光度法测定铝合金和多维元素片(21)中的微量铁, 测定结果的准确度高、重现性好。

参考文献

- [1] 陈江虹, 胡秋芬, 杨光宇, 等. 8-羟基喹哪固相萃取光度法测定水样中的铁[J]. 分析化学, 2003, 31(7): 853~855.
- [2] 孙登明, 周维领. 萃取催化光度法同时测定铁和铜[J]. 分析化学, 2001, 29(11): 1329~1331.
- [3] 钟国辉, 索珍. 原子吸收光谱法测定动物性食品中铜锌铁钙镁[J]. 理化检验: 化学分册, 2003, 39(4): 240~242.
- [4] 胡云霞, 宋桂兰. 火焰原子光谱法测定纯阴极铜、电解铜中的铅、铁、铋及钴矿中的铅[J]. 分析化学, 1997, 25(7): 864.
- [5] 李建平, 耿宝库. 铁-亚硝酸基 R 盐-双氧水体系极谱波研究及应用[J]. 分析化学, 1998, 26(7): 827~831.
- [6] 党元林, 谢海泉, 卓立宏. D-(+)-葡萄糖缩氨基硫脲与铁(Ⅲ)的显色反应及其应用[J]. 冶金分析, 2005, 25(4): 30~32.
- [7] Silvio Soriano, Annibal D Pereira Netto, Ricardo J Cassella. Determination of Cu, Fe, Mn and Zn by flame atomic absorption spectrometry in multivitamin/multimineral dosage forms or tablets after an acidic extraction[J]. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2007, 43: 304~310.

- [8] 黄莉莉,葛昌华,韩金明,等.新显色剂2-(5-羧基-1,3,4-三唑偶氮)-5-二乙氨基苯甲酸与铁的显色反应[J].科学技术与工程,2007,7(2):369-371.
- [9] 北京大学化学系分析化学教学组.基础分析化学实验[M].北京大学出版社,1998.
- [10] 李永忠,刘淑娟.5-(对羧基苯偶氮)-8-羟基喹啉与铁显色反应得研究及应用[J].理化检验:化学分册,2001,37(12):553-555.

COLORIMETRIC METHOD FOR DETERMINATION OF IRON(III) WITH α -ACETYL- γ -BUTYROLACTONE

Zhang Yanhong, Ma Yanhong, Yu Haiying

(School of Life Science & Technology of Shanxi University, Taiyuan 030006, China)

Zhang Shengwan

(Chemical Engineering College of Shanxi University, Taiyuan 030006, China)

ABSTRACT The reagent α -acetyl- γ -butyrolactone (ABL) react with iron(III) to form a stable complex in the buffer solution of $\text{COOH}_6\text{H}_4\text{COOK} - \text{NaOH}$ with pH 4.8. The maximum absorption wavelength was at 480 nm. The apparent molar absorptivity was $3.6 \times 10^3 \text{ L/(mol} \cdot \text{cm})^{-1}$. Beer's law was obeyed in the range of $0 - 40 \mu\text{g}/(10 \text{ mL})$ for iron(III). The method has been applied satisfactorily to the determination of iron in aluminum alloys and vitamins with minerals tablets (21), the recoveries were 99.3% - 114.3%, the relative standard deviations were 1.87% ($n=8$).

KEYWORDS α -acetyl- γ -butyrolactone, iron, color reaction, aluminum alloy, vitamins with minerals tablets (21)

白酒消费常识

一、白酒的分类

(一)按香型分类

1、浓香型白酒：以粮谷为原料，经固态发酵、贮存、勾兑而成，具有以己酸乙酯为主体的复合香气的蒸馏酒。

2、清香型白酒：以粮谷等为主要原料，经糖化、发酵、贮存、勾兑而酿制成，具有以乙酸乙酯为主体的复合香气的蒸馏酒。

3、米香型白酒：以大米为原料，经半固态发酵、蒸馏、贮存、勾兑而制成的，具有小曲米香特点的蒸馏酒。

4、酱香型白酒：以高粱、小麦为原料，经发酵、蒸馏、贮存、勾兑而制成，具有酱香特点的蒸馏酒。

5、兼香型白酒：以谷物为主要原料，经发酵、贮存、勾兑而酿制成，具有浓香兼酱香独特风格的蒸馏酒。

此外，还有凤香型白酒、特香型白酒、芝麻香型白酒和豉香型白酒等。

(二)按生产工艺分类

1、固态法白酒：以粮谷为原料，经酒醅固态发酵、贮存、勾兑而成，固态法白酒大都香气浓郁，口感柔和，绵甜爽净，余味悠长。

2、液态法白酒：以谷物、薯类、糖蜜等为主要原料，经液态法发酵蒸馏而得的食用酒精为酒基，再经串香、勾兑而成的白酒。液态法白酒一般没有固态法白酒那么好的香气和口感。

二、如何选购和饮用白酒

广大消费者在选购、饮用白酒产品时应注意以下几点：

(一)消费者在选购白酒产品时，应首先选择大中型企业生产的产品。这些企业的白酒质量上乘，感官品质、理化指标俱佳，低度化的产品也能保持其固有的独特风格。

(二)科学饮用白酒，有益身体健康。由于白酒中含有

乙醇，少量饮用后能刺激食欲，促进消化液的分泌和血液循环，使人精神振奋。饮用白酒过量会刺激胃粘膜，不利消化，轻者过度兴奋，皮肤充血，意识模糊，人的控制能力降低；重者知觉丧失、昏睡等症状。因此，为了消费者的身心健康，不要过量饮用白酒。
(林)

长春应化所研发出毛细管电泳电化学发光综合分析仪

不久前，一种具有自主知识产权的、灵敏度高、稳定性强、多参数联用的毛细管电泳电化学发光综合分析仪在中科院长春应化所研制成功，并通过了国家自然科学基金委员会组织的专家鉴定。专家认为，该仪器填补了国内外空白，对项目整个完成情况评价为A。

随着生命科学和环境领域的分析研究引起广泛关注，人们对相应的分析仪器的需求越来越迫切。电化学发光(ECL)检测、毛细管电泳技术和微流控芯片等分析检测方法作为近年发展起来的新的检测方法，分别具有灵敏度高、分离效率高、利于微型化等优点，在基础科学研究尤其是生物及临床分析中有很好的应用前景，目前已被广泛应用于蛋白质检测、免疫分析及DNA检测等生物分析检测领域。但目前相关专利技术等一直把持在国外大型公司手中，所生产的专用仪器价格昂贵。自主研发出将这些分析检测技术有机结合、相互联用的综合分析仪器，可大大简化分析的技术难度，提高分析的准确性，丰富基础科学的研究分析手段，拓展其分析对象及应用范围，同时可降低成本，提高我国科学仪器的竞争力。

该电化学综合分析仪器可用于蛋白质、DNA、氨基酸、临床药物等生物分子检测分析，同时比相关领域通常应用的进口仪器大大降低了成本，在生化、医药、临床、免疫等方面有着更为广阔的市场前景。
(莉)