

流动注射共振光散射法测定维生素 C^①

衷明华^② 李云^a

(韩山师范学院化学系 广东省潮州市桥东 521041)

^a(韩山师范学院生物系 广东省潮州市桥东 521041)

摘 要 建立了测定维生素 C 的流动注射共振光散射分析新方法。在弱酸介质中, 利用维生素 C 将 Cu^{2+} 还原成 Cu^+ , Cu^+ 进一步与 SCN^- 生成 CuSCN 沉淀颗粒, 用流动注射共振光散射法间接测定维生素 C。测定的维生素 C 线性范围为 1.0—120.0 mg/L, 检出限为 0.84 mg/L。所建立的分析方法简便、所用试剂少、线性范围宽, 可用于饮料中维生素 C 的测定。

关键词 维生素 C; 流动注射; 共振光散射

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2011)01-0101-04

1 引言

维生素 C(又称抗坏血酸, 简称 VC) 是一种水溶性维生素。VC 能活化羟化酶, 促进组织中胶原的形成, 同时参与体内许多物质的代谢过程和氧化还原过程, 是人体不可缺少的物质。由于 VC 在实际样品中易氧化, 因此建立快速灵敏的分析方法具有重要意义。目前, 对 VC 的测定有碘量法^[1]、荧光法^[2]、电化学分析法^[3]、化学发光法^[4]、动力学光度法^[5]等。本文提出的新方法是基于弱酸介质中 VC 将 Cu^{2+} 还原成 Cu^+ , SCN^- 与 Cu^+ 定量反应生成 CuSCN 沉淀来间接测定 VC; 由于 CuSCN 沉淀颗粒小且能产生较强的共振光散射, 我们探讨流动注射与共振光散射连用测定 VC 技术的可能性。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

IFIS-D 型智能流动注射进样器(西安瑞迈分析仪器有限公司); 970CRT 荧光分光光度计(上海精密科学仪器有限公司); 内径为 0.5 mm 的共振光散射流通池(自制); ZHWY-211B 恒温培养振荡器(上海智城分析仪器制造有限公司); Human Power II 超纯水器(韩国, 北京普析通用仪器有限责任公司代理)。

1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ VC 标准溶液: 按常规方法用饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 水溶液配制并储于冰箱中保存, 工作时进一步逐级稀释成工作液; 铜合溶液: 称取 1.9645 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体、0.8362 g KSCN、10.210 g 邻苯二甲酸氢钾晶体于适量水中, 用高纯水稀释至 1000 mL, 摇匀并过滤, 待用(此 1 L 溶液含 0.5 g Cu^{2+} 、0.5 g SCN^- 、0.05 mol 邻苯二甲酸氢钾)。实验用水为高纯水。

① 广东省科技厅科技计划项目(2006B37001004)

② 联系人, 电话: (0768) 2318872; 手机: (0) 13553741308; E-mail: zhongmh@hstc.edu.cn; hszhongmh@126.com

作者简介: 衷明华(1957—), 男, 南昌市人, 教授, 主要从事分析化学教学与研究工作。

收稿日期: 2010-04-13; 接受日期: 2010-05-18

2.2 实验方法

按图 1 所示接好流路,启动两泵(P_1 、 P_2)分别吸入铜合溶液和高纯水,待基线平稳后,旋转进样阀,将试样或标准工作液注入载流中,二者混合反应,产生凝乳状沉淀,在 970CRT 荧光分光光度计 380nm 处可产生较强的共振光散射。其流动注射进样器程序参数列于表 1。

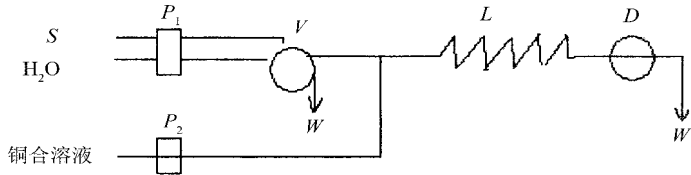


图 1 流动注射分析系统简图

P_1 ——主泵; P_2 ——副泵; L ——反应盘管(长:106cm,内径:0.5mm);
 S ——样品; V ——进样阀; D ——970CRT 荧光分光光度计; W ——废液。

表 1 程序及参数

步号	主泵速(r/min)	阀位	副泵速(r/min)	运行时间(s)	备注
0	40	左	40	10	采样
1	50	右	40	10	
2	0	左	0	10	
3	50	左	0	70	

2.3 样品分析

取饮料 100mL,加入 50g 硫酸铵,在 ZHWY-211B 恒温培养振荡器上于室温下以 150r/min 振荡 3 h 后,取上清液用 0.45 μ m 微膜过滤,上机测定。

3 结果与讨论

3.1 仪器条件的确定

3.1.1 光谱特征

测定体系的流动注射共振光散射光谱图如图 2 所示。由图 2 可见,随着 VC 的加入, Cu^+ 与 SCN^- 形成 CuSCN 纳米微粒,体系在 380nm 处形成一个最强峰,并且在一定范围内共振光散射强度增加(ΔI)与 VC 加入量的浓度之间呈现正相关关系。

3.1.2 采样时泵速的影响

固定其他条件,探讨泵速的影响。由图 3 可见,随主、副泵流速的加大,共振散射光强基本上是增大。当主泵流速大于 45r/min,增长减慢;随着副泵速增大,共振散射光强一直在增大但增长缓慢。综合考虑灵敏度、硅胶管寿命,本实验主泵转速选择在 50r/min、副泵转速选择在 40r/min。

3.2 酸度的影响

由于 VC 的还原性很强,在空气中极易被氧化,尤其在碱性介质中更甚,测定时我们用饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 及 0.050mol/L 的邻苯二钾酸氢钾控制酸度,使溶液呈弱酸性(pH4—5),减少维生素 C 的副反应。

3.3 校准曲线

在选定的最佳实验条件下,测定了一系列不同 VC 浓度体系的共振散射光强 I 并以 $I-C_{VC}$ 作校准曲线,VC 浓度在 1.0—120.0mg/L 范围内与共振散射光强呈线性关系,回归方程: $I= 4.5944C_{VC}$ (此处, C_{VC} 单位为 mg/L);相关系数 $r= 0.9989$;对浓度为 5mg/L 的 VC 溶液平行测定 11 次,用 3

倍共振散射光强值的标准偏差除以校准曲线的斜率得出本方法的检出限为 0.84 mg/L。

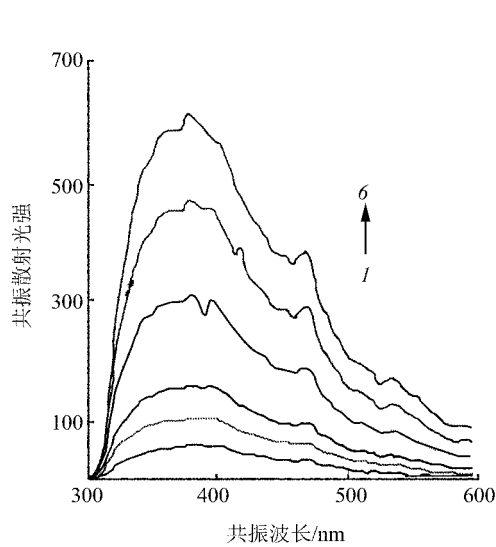


图 2 VC 的流动注射共振光散射光谱图
测定条件: 灵敏度为 1, 高速扫描, 狭缝带宽为 5nm;
曲线 1→6 所对应的 VC 浓度分别为 20、40、60、80、100、120 μ g/mL(均以相应的试剂空白参比)

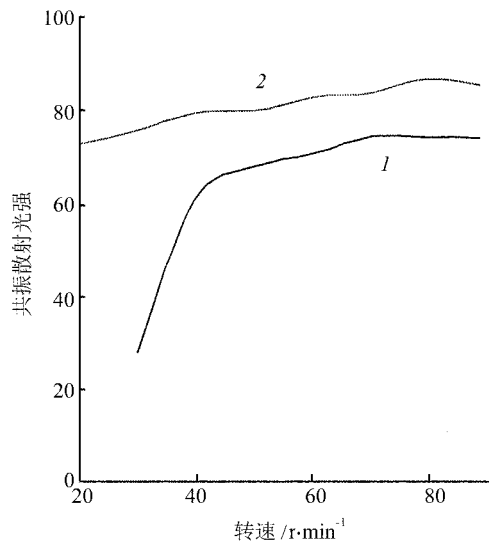


图 3 采样时主、副泵速的影响曲线
曲线 1——仅改变表 1 中步骤 1 的主泵速;
曲线 2——仅改变表 1 中步骤 1 的副泵速。

3.4 共存离子的影响

对于 50.0mg/L VC 而言, 相对误差为 $\pm 5\%$, 下列共存物浓度(单位 mg/L)不干扰测定: NO_3^- (25000); Cl^- (20000); Ca^{2+} 、 K^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} (10000); Ce^{4+} 、 Co^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 W(VI) 、 Zn^{2+} (5000); Cd^{2+} 、 Mg^{2+} 、淀粉、丙氨酸、丝氨酸、天冬氨酸、酒石酸、柠檬酸(2500); Al^{3+} 、谷氨酸、草酸(1250); La^{3+} (1000); Ba^{2+} 、 Ni^{2+} (250); 牛血清白蛋白(25)。显然, 蛋白质的影响不可忽视, 解决方法是用饱和的 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 溶液除蛋白质并在标准溶液中加入与试液相匹配的饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 基体。

3.5 样品分析

取市售 3 种品牌的饮料按 2.3 进行测定, 计算平行样之间的相对标准偏差(RSD), 同时做加标回收率试验, 结果见表 2。结果表明, 本法测定的准确度、精密度较高。

表 2 饮料中 VC 的测定结果和加标回收率 (n= 5)

样品名称	测定均值(mg/L)	RSD(%)	加标量(mg/L)	测得量(mg/L)	标准回收率(%)
统一蜜桃多	105.94	3.6	30.00	133.56	92.07
康师傅橙汁饮品	66.11	4.3	30.00	97.21	103.67
健琪冬瓜菜饮料	0	3.1	30.00	29.37	97.90

4 结论

实验结果表明, 本方法简便、所用试剂少、线性范围宽, 可用于饮料中维生素 C 的含量测定, 加标回收率为 92.07%—103.67%。

参考文献

[1] 武汉大学. 分析化学实验[M]. 第 3 版. 北京: 高等教育出版社, 1997. 167—169.

- [2] 童裳伦, 项光宏, 刘维屏. 间接荧光法测定维生素 C[J]. 光谱学与光谱分析, 2005, **25**(4): 598—600.
- [3] 邓雪蓉, 王立世, 张水锋等. 电聚合 o-ImBTPPMn(III) Cl 膜修饰玻碳电极同时测定抗坏血酸和多巴胺[J]. 分析化学, 2006, **34**(5): 637—641.
- [4] 徐小娜, 王乃芝, 范世华. 顺序注射化学发光法测定药物中的抗坏血酸[J]. 分析试验室, 2006, **25**(1): 76—79.
- [5] 孙登明, 马伟. 痕量抗坏血酸的阻抑动力学光度法测定[J]. 中国公共卫生, 2006, **22**(5): 596—597.

Determination of Vitamin C by Flow Injection Resonance Light Scattering Method

ZHONG Ming-Hua LI Yun^a

(Department of Chemistry, H anshan Normal University, Chaozhou, Guangdong 521041, P. R. China)

^a(Department of Biology, H anshan Normal University, Chaozhou, Guangdong 521041, P. R. China)

Abstract A novel flow injection method with light scattering was developed for the determination of vitamin C. In a weak acid medium, vitamin C can be used to reduce Cu^{2+} to Cu^{+} , then Cu^{+} combines with SCN^{-} to form CuSCN precipitate. A flow injection light scattering method was used to indirect determine VC. The linear range of determination was 1.0—120.0mg/L, and the detection limit was 0.84mg/L. The method is simple, less reagent consuming and has a wide linear range. It can be applicable to the determination of vitamin C in beverages.

Key words Vitamin C; Flow Injection; Resonance Light Scattering

封四：“保质、高效 —— 《光谱实验室》主要特色”的附件 3

不当挂名院士

1922 年 2 月 23 日, 苏联社会主义社会科学院主席团给列宁发了一个通知书, 说 1922 年 2 月 5 日列宁被选为研究院院士。列宁看了这个通知书, 并在下面写了复函, 还注明: “誊在公文纸上, 交我签字。”

列宁复函写道: “非常感谢, 遗憾的是, 我因病根本无法履行社会主义研究院院士的哪怕最微小的职责。挂名的院士, 我不想当。因此, 请把我从院士名单中勾掉或不要列入名单。”

列宁的复函, 言简意赅, 发人深思。列宁具有渊博的知识, 授予院士头衔是当之无愧的, 可是, 列宁不这样看。他考虑到自己无法履行院士的职责, 便毅然拒绝当挂名院士。

不当挂名院士, 只是一件小事, 但是, 列宁这种革命责任心和谦虚谨慎的科学态度, 实在令人敬佩。

(原载 1981 年 1 月 17 日《北京晚报》, 作者: 郭熙)

本刊主编点评: 我也曾请卢嘉锡先生任《光谱实验室》主编, 但卢先生谢绝了。他说, 请我任主编, 抬举我, 表示感谢。但是我年老多病, 体弱事多, 又不是学光谱专业的, 别人当面不说什么, 但背后是有议论的, 也会说你拉大旗作虎皮, 对刊物不利。