姜黄素分光光度法测定马林果中 Fe^{3+}

马木提·库尔班　卡马力别克·吾买尔①
(新疆大学化学化工学院　乌鲁木齐市　830046)

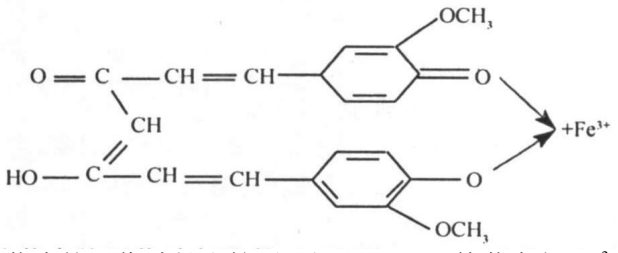
摘　要　本文通过分光光度法研究了姜黄素 与 Fe^{3+} 的显色反应,发现其络合物的最大吸收波长为 530nm,摩尔吸光系数为 ϵ_{530}= 1.8×10^{5}L/mol·cm。校准曲线的回归方程为 y= 0.0353+ 0.3075x, r= 0.9898。Fe^{3+} 含量在 0.4—1.2μg/mL 范围内有很好的线性关系。在 pH= 11.8 介质中姜黄素与 Fe^{3+} 形成 1∶1的络合物,并且其稳定,方法的选择性好,用于各种水果中铁的测定,可得到满意的结果。

关键词　姜黄素, Fe^{3+}, 分光光度法, 二元络合物。
中图分类号: O657.32　　文献标识码: B　　文章编号: 1004-8138(2007)03-0363-03

1　前言

姜黄素易溶于乙醇,酸或醚中,遇碱变红中和后复原[1]。姜黄素(Curcumin)是由蘘荷科(*Zingiberaceae*)植物中提取的一种天然色素。姜黄素有植物提取品和人工合成品两种。姜黄素溶液的 pH 在 7.8 时为黄色, pH 在 9.2 时为红棕色[2] 近几年来姜黄素在药理方面使用的较多,但它作为显色剂应用较少。据文献报道: 姜黄素 20 世纪 50 年代曾用于微量硼的测定[3]。在 20 世纪 90 年代又有姜黄素光度法测定岩矿石中铍[4] 的报道,但有关姜黄素与铁形成二元络合物却未见报道。

本文根据姜黄素共轭体系中可以离解的官能团,有可能与金属离子作用的性质,研究了姜黄素与 Fe^{3+} 的反应。发现在碱性介质中姜黄素与 Fe^{3+} 产生灵敏的显色反应。姜黄素与 Fe^{3+} 形成二元络



合物的吸收波长,与纯姜黄素的吸收波长比较,红移了 100nm,姜黄素与 Fe^{3+} 在 pH< 9 时不形成络合物,而 pH> 9 时形成络合物。而此络合物是在 pH11.2—12.4 之间吸光度最大,并且稳定。Fe^{3+} 与姜黄素生成 1∶1 络合物,其显色后,络合物至少稳定 60min, λ_{max}为 530nm,摩尔吸光系数达 1.8×10^{5}L/mol·cm,干扰少,选择性好。这种方法用于测定在马林果中微量的 Fe^{3+} 时可得到满意的结果。

① 联系人,电话: (0991) 8580121(宅); 手机: (0) 13565919556; E-mail: mumut2006@163.com
作者简介: 马木提·库尔班(1950—),男,维吾尔族,研究方向为三元络合物及其应用,天然植物有效成分分析。
收稿日期: 2006-12-27; 接受日期: 2007-02-07
© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.c

2 实验部分

2.1 实验仪器

722 型分光光度计(上海精密科学仪器有限公司),320 型酸度计[梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司]。

2.2 实验试剂与材料

姜黄素溶液的配制:取 0.40g 姜黄素和 50g 草酸溶解于乙醇中,转移到 1000mL 容量瓶中,稀释至刻度,室温下放置一周后可使用。

Fe^{3+} 标准溶液的配制:取 0.8634g $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ 置于 200mL 烧杯中,加入 20mL 6mol/L HCl 溶液和少量水,溶解后转移到 1L 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液的浓度为 100μg/mL,使用时用水稀释为 5μg/mL。

缓冲溶液:取 0.1mol/L Na_2HPO_4 溶液 500mL 至 1L 容量瓶中,再加入 4% NaOH 溶液 330mL,用蒸馏水稀释至刻度线,在酸度计上调正 pH 为 11.8。实验用水为蒸馏水。

2.3 供试样的处理

取 5g 马林果试样放入坩埚中,加热至灰化,加(1+1) HNO_3 溶液溶解样品,过滤。加入 30% 的过氧化氢溶液数滴,脱色,转移于 100mL 容量瓶及稀释至刻度,备用。

3 结果与讨论

3.1 最大吸收波长的选择

分别吸取 3mL 姜黄素标准溶液置于 25mL 容量瓶中用水稀释至刻度,在 350—520nm 之间进行扫描,实验结果表明,姜黄素在 430nm 处有最大吸收,而在实验条件下,姜黄素与 Fe^{3+} 在缓冲溶液存在下,波长在 470—620nm 处进行扫描,实验结果表明,在 530nm 波长时有最大吸收,因此本文选用 530nm 作为测定波长。

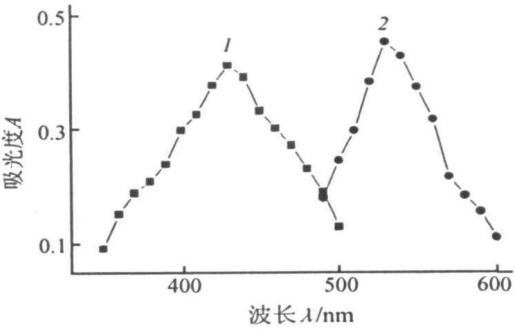


图 1 姜黄素-Fe^{3+} 和纯姜黄素的吸收光谱
1——姜黄素/水空白;2——二元络合物/试剂空白。

3.2 校准曲线的绘制

分别吸取 5μg/mL 的铁标准溶液 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0mL 于 25mL 容量瓶中,各加入 0.5mL姜黄素溶液再加pH为11.8的缓冲溶液 1mL,用水稀释至刻度。实验结果表明,Fe^{3+} 含量在 0.4—1.2μg/mL 范围内有很好的线性关系。回归方程为:$y = -0.0353 + 0.3075x$,$r = 0.990$,摩尔吸光系数 $\epsilon = 1.8 \times 10^5 L/mol \cdot cm$。

3.3 显色酸度

当溶液介质在 pH< 9 时,显色反应不能进行。在 Na_2HPO_4-NaOH 缓冲溶液中,pH 为 11.2—12.4 范围内吸光度最大并较稳定。本实验选用 pH 为 11.8 条件。

3.4 姜黄素用量

姜黄素用量对络合物吸光度的影响较大,须严格控制,实验结果表明,姜黄素溶液用量 0.2—0.8mL 范围内络合物吸光度大且稳定,因此,本实验选用 0.5mL。

3.5 缓冲溶液的用量

缓冲溶液的用量对络合物的吸光度影响较大。因此严格控制本实验结果表明,缓冲溶液用量在 0.5—2.0mL 范围内吸光度较大,且稳定。因此本实验选用 1mL 缓冲溶液。

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.c

3.6　络合物组成

本实验采用连续变化法(等摩尔系列法)和摩尔比法测定配合物的组成。实验结果表明姜黄素与铁形成 1∶1 的络合物。

3.7　时间对络合物稳定性的影响

在测定过程中发现, 将络合物显色后放置 60min 以内, 体系的吸光度较稳定, 60min 后溶液的吸光度值逐渐减少。所以, 这种络合物显色后应在 40min 内测完。

3.8　样品分析

取适量的马林果样品溶液于 25mL 容量瓶中, 加姜黄素溶液 0.5mL; 再加 1mL pH 为 11.8 的缓冲溶液, 用水稀释至刻度, 试剂为空白, 于 530nm 波长下, 测定吸光度值, 由校准曲线查得 Fe^{3+} 含量为 3μg/mL。

3.9　共存离子的影响

测定 2μg/25mL 允许共存物质量(μg)如下: Pb^{2+} (0.27), Ni^{2+} (1.46), Sr^{2+} (0.79), Al^{3+} (1.41), Co^{2+} (1.24), Zn^{2+} (3.39), NH_4^+ (1.08), Na^+ (1.22), Mg^{2+} (1.24), Cu^{2+} (1.28), Fe^{3+} (0.25), Cr^{3+} (0.63)对测定有干扰。

3.10　讨论

(1) 配制姜黄素溶液时, 加入草酸, 能提高 Fe^{3+} 与姜黄素反应的灵敏度, 所以很多情况下, 加入适量的草酸来配制姜黄素溶液。

(2) 姜黄素有植物提取品和人工合成两种, 据文献报道人工合成不与 Fe^{3+} 发生显色反应。

(3) 如果溶液的 pH> 9 时 姜黄素与 Fe^{3+} 形成的二元络合物的稳定性较好, 仅能在 40—60min 中测定, 得到较好的结果。

参考文献

[1] 天津轻工业学院和无锡轻工业学院合编. 食品生物化学[M]. 北京: 轻工业出版社, 1988. 428.
[2] 宋思烈, 刘振等译(日). 实用无机光度分析[M]. 沈阳: 辽宁人民出版社, 1983. 5.
[3] 胡之德, 赵正风. 分光光度分析[M]. 银川: 宁夏人民出版社, 1981. 600.
[4] 裴世桥. 姜黄素分光光度法直接测定岩矿中铍[J]. 分析化学. 1992, **20**(1): 97.

Spectrophotometric Determination of Fe^{3+} in *Rubus Chingu Hu*

MAMUTI Kurban　KAMALIBIEKE Wumaier
(*College of Chemistry & Chemical Engineering, Xinjiang University, Urumqi* 830046, *P. R. China*)

Abstract　Fe^{3+} in *Rubus chingu hu* was determined by spectrophotometry. The result indicated that the maximum absorbing wavelength of the complex was 530nm and the molar absorption coefficients was $\epsilon_{530} = 1.8\times10^5$ L/mol·cm. Regression equation of the standard curve is $y = 0.0353 + 0.3075x$, $r = 0.9898$. Beer's law is well obeyed in the range of 0.4—1.2μg/mL. In pH = 11.8 medium, a stable complex with curcumin and Fe^{3+} ratio of 1∶1 was formed the method has good selectivity, and it can be applied to the determination of Fe^{3+} in different fruits.

Key words　Curcumin; Fe^{3+}; Spectrophotometry; Two-Coordinate.

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.c