

分光光度法测定蒙药中痕量铅

达古拉 彭飞飞

(内蒙古民族大学化学学院 内蒙古通辽市霍林河大街 22 号 028043)

摘 要 采用双硫脲显色分光光度法测定蒙药中痕量铅, 该方法具有简单、快速、灵敏等特点, 用以测定蒙药中的痕量铅, 获得了满意的结果。

该方法线性范围为 0.00—0.40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Pb^{2+} , 相关系数 0.9993, 回收率 95%—110%。

关键词 分光光度法, 蒙药, 痕量铅。

中图分类号: O 657.32

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2007)03-0441-03

1 前言

铅是一种有害人体健康的元素。因此, 需要经常调查和检测。为研究铅在环境中的分布, 积累规律, 控制铅的污染, 需要一种灵敏而又简便的分析方法。测定微量铅的方法较多, 已有微分脉冲阴极伏安法, 原子吸收光谱法, 吸附溶出新极谱法, 电位滴定法, 异金属双核三元络合物光度法, 催化动力学分析法等。这些方法各有特色。然而利用双硫脲显色分光光度法测定痕量铅的方法具有灵敏度高, 选择性好的特点。

作者在实验过程中发现, 当反应时间固定时, 在一定范围内, Pb^{2+} 的浓度与吸光度呈线性关系。在此基础上建立了萃取, 分离, 双硫脲显色分光光度法测定蒙药中痕量铅的方法, 且具有准确度高, 干扰少, 操作简便快速, 不需要昂贵的仪器等特点。应用于蒙药中痕量铅的测定, 获得了满意的结果。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

2.1.1 仪器

721 型分光光度计(上海分析仪器厂)。

2.1.2 试剂

1.0 mol/L $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$; 0.003% 双硫脲的四氯化碳溶液; 2% 酒石酸氢钾-2% 盐酸羟胺(1:1)混合液; 铅(II)标准溶液: 准确称取经 105 °C 干燥 1h 的 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1.5984g 于 50mL 烧杯中, 加入浓硝酸 10mL 及少量水溶解, 移入 1000mL 容量瓶中, 加水稀至刻度, 摇匀, 得到 1mg/mL Pb^{2+} 溶液, 再由此配成 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Pb^{2+} 溶液。0.01mol/L KI 溶液, 1:100(V/V)的 HNO_3 ; 1% 尿素溶液。所用试剂

内蒙古民族大学科学研究基金资助项目

联系人: 电话: (0475) 8319720; E-mail: dgll19620303@163.com

作者简介: 达古拉(1962—), 女(蒙古族), 内蒙古赤峰市人, 副教授, 学士, 主要从事分析化学研究。

收稿日期: 2007-04-09; 接受日期: 2007-04-17

均为分析纯,分析用水为二次蒸馏水。

2.2 样品处理

取 1[#]、2[#]、3[#]、4[#]、5[#] 样品,在 105—110 温度范围,将样品烘干 2h,研磨,准确称取一定量样品,将其分别编号,放入 250mL 锥形瓶中,分别加 15mL 浓硝酸浸泡过夜,小火加热,待 NO₂ 气体冒尽,加入 5mL HClO₄,待白烟冒尽,作用缓和,放冷,沿瓶壁加入 1% 的硝酸,之后将其加热至瓶中液体变成棕色,不断沿瓶壁滴加硝酸至有机质分解完全,加大火力,至产生白烟,溶液应澄清或微带黄色,放冷,定量转移至 25mL 容量瓶中,用水稀释至刻度^[1]。

取 20mL 样品于小烧杯中,加入 2mL 2% 酒石酸氢钾-2% 盐酸羟胺(1:1)混合液和 3mL 0.01mol/L KI 溶液,用 1.0mol/L NH₃·H₂O 调至 pH8—9,转入 125mL 分液漏斗内,加入 3mL 双硫脲萃取 2—3min,重复萃取 2 次,将有机相合并至另一只分液漏斗中,用二次蒸馏水洗涤有机相两次,然后用 5mL 1:100(V/V)的 HNO₃ 反萃取。保留水相于 50mL 烧杯中,盖上表面皿,在电炉上加热蒸干,冷却后,用少量水冲洗表面皿和烧杯内壁,加入 1mL 1% 尿素溶液,继续在电炉上加热蒸干,冷却后,将样品移入 25mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀^[2]。

2.3 实验方法

取一定量的 Pb²⁺ 标准溶液,加入 1mL 2% 酒石酸氢钾-2% 盐酸羟胺(1:1)混合液,用 1:1 的 NH₃·H₂O 数滴调节其 pH 值至 8—9,定量转入分液漏斗内,加入 2mL 双硫脲溶液萃取 2—3min,重复萃取 2 次,将有机相合并到另一只分液漏斗中,用二次蒸馏水洗涤有机相两次,将有机相移至 25mL 容量瓶中,用 CCl₄ 稀至刻度,在波长 520nm 处,用 1cm 比色皿,以 CCl₄ 作参比测吸光度 A^[3]。

3 结果与讨论

表 1 测定 Pb²⁺ 的结果

样品名称	测定值 (μg/g)		平均值 (μg/g)	相对标准偏差 (%)
1 [#]	22.60	23.00	22.81	2.27
2 [#]	16.6	18.00	17.41	1.04
3 [#]	31.9	31.73	31.87	1.24
4 [#]	8.56	8.37	8.24	1.39
5 [#]	27.3	27.78	27.21	0.77

3.1 校准曲线

在确定的最佳实验条件下改变 Pb²⁺ 的用量进行实验,取不同体积的 Pb²⁺ 标液,按实验方法测定吸光度,结果表明在 0.00—0.40μg/mL Pb²⁺ 之间 Pb²⁺ 的浓度与吸光度呈线性关系,其线性回归方程为: $A = 0.0256 + 0.0049V_x$ $r = 0.9993$ 。

3.2 样品分析

取一定体积的样品溶液,按上述实验方法测定,结果见表 1。

3.3 回收率实验

在各样品中加入一定量 Pb²⁺ 标准溶液,按照实验方法测定,每种样品平行测定 5 次,回收率结果见表 2 所示。

表 2 回收率

样品编号	含量 (μg)	标准加入量 (μg)	测得量 (μg)	RSD (%)	回收率 (%)
1 [#]	2.11	2	2.2	2.21	110
2 [#]	2.19	2	2.1	1.04	105
3 [#]	3.36	2	1.9	1.24	95
4 [#]	0.853	2	2.2	1.39	110
5 [#]	2.62	2	1.9	0.77	95

参考文献

- [1] 中华人民共和国国家标准 食品中铅的测定方法[S]. GB/T 5009.12-1996 北京: 中国标准出版社, 1996
- [2] 陈国树, 张富生, 罗刚 动力学光度法测定痕量铅的研究[J]. 分析试验室, 1994, 13(1): 59
- [3] [波]Z. 马钦科 元素的分光光度测定[M]. 郑用熙等译 北京: 地质出版社, 1983 7, 283

Determination of Trace Lead in Mongolian Medicine by Spectrophotometry

DA Gu-La PENG Fei-Fei

(College of Chemistry, Inner Mongolia National University, Tongliao, Inner Mongolia 028043, P. R. China)

Abstract The trace lead in Mongolian medicine was determined with double sulph-hydrazone colour development spectrophotometric method. The method is simple, quick and sensitive. The result is satisfactory for the determining trace lead in Mongolian medicine. The linear range is 0.00- 0.40 $\mu\text{g/mL Pb}^{2+}$. The related coefficient is 0.9993. The rate recovery is 95% - 110%.

Key words Spectrophotometry, Mongolian Medicine, Trace Lead

北京天科邮票展览馆(邮票上科学家展览馆) 章 程

北京天科邮票展览馆(邮票上科学家展览馆)是科普性质、非盈利的公益性企业,展品是古今世界各国发行有关天才科学家或他们的创造文明的纪念邮票(复印件)及其说明,共有529件(2007-01-25)。这些科学家,一般是学科创始人、带头人、奠基人、发明家和诺贝尔奖金获得者(共190人)。选择时不论其年龄、性别、肤色、职业、贵贱、党派、宗教、信仰、国籍和有何罪过等。

1 前言

馆长夫妇都是科技工作者,一生从事科学研究和科技期刊编辑出版工作,热爱科学。退休后,想尽一点余力,宣传、传播、倡导科学精神,靠省吃俭用的一点积蓄,创办了这个简陋的展览馆。

馆长是中国科学院《光谱实验室》期刊主编,编审(教授),1982年获国家三等发明奖,2001年退休。展品的主要来源是馆长的著作[《邮票上的光谱学和化学史》(科学出版社1991年出版)、《邮票上的化学、光学和光谱学史》(《光谱实验室》2006年第1期,科学出版社2006年出版)、秦克诚教授的著作《邮票上的物理学史》(清华大学出版社2005年出版)、美国阿西摩夫的著作《古今科技名人辞典》,卞毓麟等译(科学出版社,1988年出版)和《邮票上的科学家——佼佼者之路》(《光谱实验室》2007年第1期,科学出版社2007年出版)]等。

2 宗旨

本馆的宗旨是普及科学知识、倡导科学方法、传播科学思想、回顾历史经验、弘扬科学精神。

3 任务

1) 介绍和总结邮票上的科学家创造发明和技术革新的成功经验和有关教训,为当今科技人员和大中专学生、教师提供借鉴。资料来源忠实于原著,允许不同的观点。

2) 介绍科学发明创造的获得是艰苦求索的结晶,只有那些在崎岖小路的攀登中,不畏劳苦的人才有望到达光辉的顶点。

3) 努力造就社会“尊重知识,尊重劳动,尊重人才,尊重创造”的风气。

4 组织

本馆由展览室、联络室和编辑部等3部分组成。各设工作人员1名,编辑部主任由馆长兼任,展览室讲解员兼管日常事务。联络室负责对外联系,发送门票兼管防火安全。编辑部负责收集和编辑图片和文字资料。

5 活动

1) 本馆开设实行1-3日前电话预约制度,参观者的文化程度暂定为高中(含)以上,1个人也接待。

2) 本馆免费开放。

3) 本馆不从事盈利性经营活动。

6 经费

1) 馆长在北京市延庆县刘斌堡乡刘斌堡村的4600平方米的土地(46年使用权)、830平方米的房产、家具、展牌、资料和设备等为本馆的不动产。

2) 馆长在银行的10万元个人存款,为本馆的流动资金和注册资金。

3) 馆长的退休金和友好人士的捐赠是本馆收入的主要来源。

4) 本馆资产和收入只可用于本馆宗旨所规定的范围。

7 终止

当本馆无法维持正常工作时,得自行解散,由馆长或其继承人向法院申请破产,先行清算,然后向登记机关办理注销手续。