

meso-四(4-氯-3-磺酸钠苯基)卟啉快速测定痕量铅

王涛^{1,2}, 韩士田¹

(1 河北师范大学化学与材料学院, 河北 石家庄 050016 2 河北科技大学理学院, 河北 石家庄 050018)

摘要: 利用 meso-四(4-氯-3-磺酸钠苯基)卟啉与铅的显色反应测定铅, 优化了反应条件, 试验了共存离子的影响。方法在 0 mg/L~0.6 mg/L 内线性良好, 表观摩尔吸光系数为 $2.51 \times 10^5 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$, 实际样品测定的加标回收率为 98.2%~109%。

关键词: 铅; 卟啉; 分光光度法

中图分类号: O657.32 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2008)01-0033-02

The Fast Determination of the Trace Lead with Meso-tetra (4-Chloro-3-Sulfophenyl) Porphyrin

WANG Tao^{1,2}, HAN Shitian¹

(1 College of Chemistry and Material Sciences, Hebei Normal University, Shijiazhuang, Hebei 050016 China;

2 College of Sciences, Hebei University of Science and Technology, Shijiazhuang, Hebei 050018 China)

Abstract The colour reaction of p-CTPPS4 with Lead was applied for determination of Lead. The analytical parameters were optimized and effect of coexistent ion was observed. The results showed the linearity was good in the range from 0 mg/L to 0.6 mg/L, the apparent molar absorption coefficient was $2.51 \times 10^5 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$, the sample recoveries were from 98.2% to 109%.

Key words Lead; Porphyrin; Spectrophotometry

铅是环境污染物中毒性很大的一种重金属, 主要损害人的神经系统、血液系统、心血管及消化系统^[1]。快速发现环境中的铅污染, 首要问题是快速、准确地测定铅。meso-四(4-氯-3-磺酸钠苯基)卟啉(p-CTPPS4)水溶性好, 应用其测定铅尚未见报道^[2]。今利用该试剂与铅的显色反应, 测定水样、树叶、蔬菜、头发中的铅, 不经加热即可完成络合, 操作简便, 结果令人满意。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

UV-1200 型紫外分光光度计, 北京诺利分析仪器四厂; pH-S-3 型酸度计, 上海精密科学仪器有限公司。

铅标准溶液: 准确称取一定量的 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 配制成 5.00 g/L 铅标准储备液, 用时稀释成 5.00 mg/L 铅标准使用液; p-CTPPS4 水溶液 (实验

合成): 准确称取 0.002 g 卟啉溶于水, 配制成 2 g/L 水溶液; NaOH-KCl-H₃BO₃ 缓冲溶液: 用 $V(1 \text{ mol/L NaOH 溶液}) : V(1 \text{ mol/L KCl 溶液}) : V(0.5 \text{ mol/L H}_3\text{BO}_3 \text{ 溶液}) = 1.05 : 1 : 2$ 配制而成, 用酸度计调节 pH 值为 9.1; 20 g/L 溴化十六烷基三甲铵水溶液; 20 g/L 十二烷基磺酸钠水溶液; 20 g/L 十二烷基苯磺酸钠水溶液; 100 g/L Tween-80 水溶液; 10 g/L β -CD (β -环糊精) 水溶液; 4 g/L 盐酸羟胺水溶液。以上试剂室温放置均可稳定 48 h 以上。

1.2 试验方法

在 10 mL 比色管中, 依次加入一定量的铅标准

收稿日期: 2007-01-15 修订日期: 2007-11-05

基金项目: 河北省自然科学基金资助项目(203147); 河北省教育厅科学研究基金资助项目(2001120)

作者简介: 王涛(1972-), 女, 河南孟县人, 讲师, 硕士, 主要从事卟啉化合物的合成与应用研究。

溶液(或待测样品溶液)、1 mL 卟啉溶液、1 mL 缓冲溶液、1 mL β -CD 溶液, 摇匀, 放置 20 min, 用二次蒸馏水定容后, 用 1 cm 比色皿, 以相应试剂空白作参比, 在 466 nm 处测定络合物的吸光值^[3]。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

按照试验方法, 配制卟啉与铅的显色溶液、试剂空白, 测定络合物对试剂空白、卟啉试剂对水的吸收光谱, 试剂的最大吸收波长为 423 nm, 络合物的最大吸收波长为 466 nm, 相差 43 nm, 对比度大, 可以很好地分开。

2.2 酸度的影响

溶液酸度对卟啉-铅显色反应的影响较大。溶液在酸性条件下, 几乎无络合物生成, 在较强碱性条件下才可形成络合物。不同 pH 值缓冲溶液的作用不同, 显色反应的最佳 pH 值为 8~10 该试验选择 NaOH-KCl-H₃BO₃ 缓冲溶液 pH 值为 9.1。缓冲溶液的加入体积对吸光值也有影响, 加入量不足, 卟啉与金属络合不充分, 吸光值偏低; 加入量过大, 由于离子强度的影响, 吸光值也会下降。该试验选择缓冲溶液的加入体积为 1 mL。

2.3 显色条件与稳定性

在室温下不用加热, 卟啉与铅放置 15 min~25 min 即可发生反应, 该试验选择在室温下反应 20 min, 反应完成后, 络合物可稳定 48 h 以上。

2.4 卟啉试剂的用量

按试验方法加入不同体积的卟啉试剂, 根据反应后吸光值最大且反应完全的原则, 确定其最佳加入体积为 1 mL。

2.5 辅助络合剂和表面活性剂的影响

辅助络合剂和表面活性剂常用于卟啉测定, 以提高检测效果。试验了溴化十六烷基三甲铵、十二烷基磺酸钠、十二烷基苯磺酸钠、Tween-80、 β -CD、乙醇、盐酸羟胺对测定的影响, 结果表明, 不加辅助试剂即可显色, 加入 β -CD 有较好的增溶作用, 且吸光值明显增大, 但用量过多会降低吸光值, 最佳加入体积为 1 mL。

2.6 络合物的组成

采用摩尔比法和等摩尔连续变化法测定铅与卟啉络合物的组成, 结果表明, 铅与卟啉的摩尔比为 1:1。

2.7 工作曲线和灵敏度

按试验方法测定 0 mg/L~0.6 mg/L 铅标准溶液系列的吸光值, 绘制工作曲线, 线性方程为 $A = 0.0242 + 0.1131c$, 相关系数 $r = 0.9979$, 表观摩尔吸光系数 $\epsilon = 2.51 \times 10^5 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 。

2.8 共存离子的影响

在 5 μg 铅条件下, 加入不同量的干扰离子, 按试验方法测定吸光值, 以吸光值改变 $< \pm 5\%$ 判定不受干扰。下列共存离子的最大允许量分别为: Zn²⁺ (5 μg); Cu²⁺、Cd²⁺、Cr³⁺、Co²⁺ (10 μg); Mn²⁺、Fe³⁺ (15 μg); Ni²⁺ (30 μg); Mg²⁺ (100 μg); Ba²⁺、Ca²⁺ (150 μg); K⁺、Na⁺、NH₄⁺ (1 000 μg)。

2.9 样品测定

按文献 [4] 处理树叶、头发、韭菜样品, 文献 [5] 处理水样 (河水和工业废水需稀释) 后, 采用该方法测定, 并作加标回收试验, 结果见表 1。

表 1 样品测定及加标回收试验结果 ($n=3$)

样品	加标量 $m/\mu\text{g}$	测定均值 $m/\mu\text{g}$	回收率 %
头发	0	0.162	
	2	2.17	100
	4	4.22	101
树叶	0	1.19	
	2	3.22	102
	4	5.12	98.2
河水	0	2.01	
	2	4.01	100
	4	6.00	99.8
工业废水	0	5.71	
	1	6.80	109
	2	7.69	99.0
韭菜	0	1.24	
	2	3.27	102
	4	5.20	99.0

[参考文献]

- [1] 李敏, 林玉锁. 城市环境铅污染及其对人体健康的影响 [J]. 环境监测管理与技术, 2006, 18(5): 6-10.
- [2] 王涛, 韩士田. 磺化卟啉合成及其在痕量金属离子测定中的研究进展 [J]. 河北工业科技, 2004, 22(4): 239-244.
- [3] 陈建荣, 金炳尧, 吴小华, 等. 四-(4-甲氧基-3-磺酸苯基)卟啉分光光度法测定微量铅 [J]. 分析试验室, 1998, 17(4): 64-66.
- [4] 俞善辉, 蔡正艳, 彭志华, 等. meso-四(2,5-二氟苯基)卟啉的合成及其与铅(II)的显色反应 [J]. 化学试剂, 2002, 24(4): 223-224.
- [5] 赵晔, 张力, 金贞淑, 等. β -CD 对新显色剂 rBrTPPS4 测铅的显色反应增敏作用的研究 [J]. 理化检验-化学分册, 1996, 32(2): 101-102.