

# V-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-PAR 三元配合物吸光光度法 测定茶叶中痕量钒

郭光美<sup>1</sup>, 马景<sup>2</sup>

(1.河北科技大学理学院,河北石家庄 050018 2.河北省疾病预防控制中心,河北石家庄 050018)

**摘要:**研究了用 V-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-PAR 三元配合物体系吸光光度法测定茶叶中痕量钒的方法。最大吸收波长为 550nm, 测定值的 RSD≤4.1, 钒的平均回收率为 94.0%~107.5%。结果表明, 该法灵敏度高、选择性好、干扰少。

**关键词:**三元配合物, 吸光光度法, 茶叶, 钒

**Abstract:** A method to determine trace Vanadium in tea by three-member complexation spectrophotometry is discussed in this papers. The maximum absorbance is at 550 nm. RSD≤4.1. The recovery ratio of Vanadium is 94.0%~107.5%. The method has been applied to the determination of vanadium in tea with satisfactory results.

**Key words:** three-member complexation; spectrophotometry; tea; Vanadium

中图分类号: TS207 文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2006)10-0184-02

茶叶中含有多种有益的微量元素, 其中钒是人体必需的微量元素之一<sup>[1]</sup>。微量钒能影响胆固醇代谢、心血管系统, 刺激造血功能, 在维持正常生理功能中具有一定作用, 若人体钒摄入量不足会引起生理异常, 但钒摄入量过多会产生毒性反应。因此, 茶叶中痕量钒的测定具有一定实际意义。国内文献曾有报道用 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 测定钒, 但灵敏度低 ( $\epsilon_{450}=2.7 \times 10^2$ ), 而用 5-Br-PADAP 显色剂, 灵敏度虽有提高, 但是选择性差<sup>[2-4]</sup>。由于茶叶中钒的质量浓度很低, 因此, 钒的测定方法要求灵敏度高、选择性好、检出限量低等特点。本文用浓 HNO<sub>3</sub>、浓 HClO<sub>4</sub> 将茶叶消解后, 加入 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>、PAR, 使得茶叶中 V<sup>5+</sup>与 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>、PAR 三者配合反应, 在强酸性条件中形成紫红色三元配合物, 由于

V-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-PAR 三元配合物非常稳定, 对光有较大的吸收容量。所以, 进行光度测定时灵敏度提高 ( $\epsilon_{550}=6.5 \times 10^5$ )。此方法灵敏、简便、准确, 应用于茶叶中钒的测定, 结果令人满意。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

钒标准溶液 准确称取分析纯的偏钒酸铵 0.5740g, 用蒸馏水溶解, 稀释至 250mL 容量瓶中, 此溶液中钒 (V) 的含量为 1.0mg/L, 实验时稀释至 1.0 $\mu$ g/L; 1.0 $\times 10^{-4}$ mol/L PAR 乙醇溶液, 1.0 $\times 10^{-4}$ mol/L H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 水溶液, 0.5mol/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 浓 HNO<sub>3</sub>, 浓 HClO<sub>4</sub>, 二次蒸馏水, 茶叶 (北京)。

722 型光栅分光光度计 上海第三分析仪器厂; PHS-2 型酸度计 上海雷磁仪器厂; G3 耐酸漏斗。

### 1.2 实验方法

取处理好的茶叶样品, 分别依次加入 3.0mL 0.5mol/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 2.0mL 1.0 $\times 10^{-4}$ mol/L PAR 乙醇溶液、1.5mL 1.0 $\times 10^{-4}$ mol/L H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 水溶液, 用去离子水稀释至刻度, 摇匀, 放置 6min 后, 在 550nm 波长处, 以试剂空白液为参比, 分别测定吸光度, 45min 内完成。

## 2 结果与讨论

### 2.1 最佳条件选择

2.1.1 显色酸度 显色酸度用 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 控制, 在一定实验条件下, 加入不同量的 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 进行显色, 结果表明, pH 在 1.0~3.0 范围吸光度较稳定, pH=2 时, 吸光度达到最大。因此, 选用 0.5mol/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 3.0mL 控制酸度。

2.1.2 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 和 PAR 的加入量 在强酸性条件下, 分别改变 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 和 PAR 的加入量, 发现 A (吸光度) 随 PAR 增大而增大, 在用量为 1.0~2.5mL 范围较稳定, 用量在 2.0mL 时最佳。H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的用量在 1.0~2.0 mL 范围较稳定, 用量在 1.5mL 时最佳。最终确定 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的最

收稿日期: 2006-02-20

作者简介: 郭光美 (1962-), 女, 副教授, 硕士, 从事分析化学方面的教学和科研工作。

佳加入量为 1.5mL, PAR 的最佳加入量为 2.0mL。

2.1.3 显色温度 在显色剂用量、显色酸度一定的条件下, 进行不同温度下的反应条件实验, 结果表明, V-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-PAR 三元配合物的显色反应在室温下反应速度较快。因此, 选择室温下显色。

2.1.4 显色时间 在室温条件下, 加入显色剂后, 进行显色时间测量, 实验表明, 在室温下 6min 显色完全, 45min 内不褪色。因此, 测定的时间应在 6~45min 范围内完成。

## 2.2 吸收曲线和工作曲线

2.2.1 吸收曲线 吸取一定量、一定浓度的钒溶液加入到 25mL 容量瓶中, 按本实验方法进行显色, 在 722 型分光光度计上, 以试剂空白为参比, 在波长 400~650nm 范围内测定吸光度, 绘制吸收曲线, 见图 1。由吸收光谱可知, V-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-PAR 三元配合物吸收曲线的最大吸收波长为 550nm。

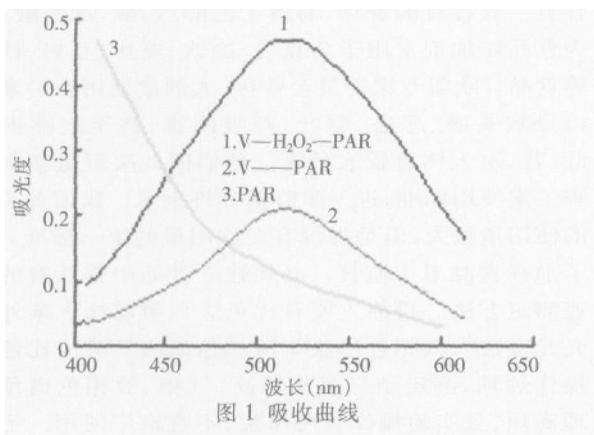


图 1 吸收曲线

2.2.2 工作曲线 依次取适量的钒标准溶液, 按本实验方法进行测定, 做工作曲线。结果表明, 线性范围 0.0~0.7mg/L, 线性回归方程  $A=1.753C+0.012$ , 相关系数  $r=0.9991$ ,  $\epsilon_{550}=6.5 \times 10^5 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

## 2.3 共存离子

在实验条件下, 分别研究了多种离子与钒共存时的干扰情况。结果表明, 分别加入各种其它离子, 在相对误差  $\pm 5\%$  的范围内, 可允许存在各种离子的量 (mg/L) 分别为 Ca<sup>2+</sup> (3), Al<sup>3+</sup> (3), Bi<sup>3+</sup> (0.06), Ti<sup>4+</sup> (0.1), Fe<sup>3+</sup> (30), Pb<sup>2+</sup> (0.4), Cu<sup>2+</sup> (0.5), Cr<sup>3+</sup> (1), Co<sup>2+</sup> (0.25), Mn<sup>2+</sup> (0.31), Ni<sup>2+</sup> (0.5)。由此可见, 选用三元配合物体系测

定时干扰较少、选择性高。

## 2.4 准确度、精密度

用已知含量的钒溶液进行方法准确度和精密度的考察, 同时进行加标实验 ( $n=5$ ), RSD 在 4.1 以内, 回收率在 94.0%~107.5% 之间, 结果见表 1。

## 3 方法应用

### 3.1 样品前处理

准确称取茶叶样品 2.000g 于烧杯中<sup>[1]</sup>, 加入 20mL 浓 HNO<sub>3</sub> 水浴加热 1h, 再加入 5mL 浓 HClO<sub>4</sub> 放置在电炉上加热至冒白烟, 完全消解, 冷却至室温, 待测定。同时做试剂空白。

### 3.2 样品的测定

分别吸取定量的不同样品, 采用本实验方法测定, 结果见表 1。

表 1 样品分析结果及回收率

样品	本法测定值 ( $\mu\text{g}$ )	标准加入量 ( $\mu\text{g}$ )	RSD (%)	回收率 (%)
花茶	1.58	2	3.2	107.5
绿茶	1.06	2	2.5	99.3
袋泡茶	0.81	2	4.1	94.0

实验结果表明, 3 种样品测定的相对标准偏差均小于 5%, 回收率在 94.0%~107.5% 之间, 精密度和准确度都比较好, 适用于茶叶中痕量钒的测定。

## 参考文献:

- [1] 何志谦. 人类营养学 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1988.
- [2] 侯明, 王飞平. 活性炭富集二苯偶氮脒酰肼分光光度法测定水中痕量钒 [J]. 分析实验室, 2000, 19 (1): 54~56.
- [3] 刘奇, 李全民, 张永才. 负载 8-羟基喹啉的活性炭吸附富集-分光光度法测定水中的痕量钒 [J]. 分析化学, 2000, 28 (3): 391~392.
- [4] 华东理工大学等编. 分析化学 [M]. 北京: 高等教育出版社, 2004.
- [5] G Chakapani. Spectrophotometric method for the determination of vanadium in rich hydrogeochemical samples using pyridyl azo resoreinal (PAR) [J]. Talanta, 1993, 40 (4): 541~544.
- [6] 杨惠芬, 李明元, 沈文. 食品卫生理化检验标准手册 [M]. 北京: 中国标准出版社, 1998.

(上接第 180 页)

## 参考文献:

- [1] 应义斌, 饶秀勤, 等. 机器视觉技术在农产品品质自动识别中的应用 [J]. 农业工程学报, 2000, 16 (1): 103~108.
- [2] 孙振东, 万峰, 等. 光纤光度分析仪设计的有关问题 [J]. 光谱

仪器与分析, 2000 (3): 7~11.

- [3] 中国科学院植物研究所鸭梨黑心病防治小组. 鸭梨黑心病研究 I: 温度对黑心病的影响 [J]. 植物学报, 1974, 16 (3): 140~145.
- [4] 戚佩坤主编. 果蔬贮藏病害学 [M]. 北京: 中国农业出版社, 1994. 10.