

文章编号: 1005-8893 (2000) 02-0018-03

SL-401 多氨基羧基螯合树脂分离— FAAS 法测定生物样品中的微量 Cu^{2+} 和 Zn^{2+} *

孙 英, 邓 健

(江苏石油化工学院 化学工程系, 江苏 常州 213016)

摘要: 研究了用具— $\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{COOH})\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{COOH})_2$ 官能团的 SL-401 多氨基羧基螯合树脂浓集微量金属离子 Cu^{2+} 和 Zn^{2+} 的条件。建立了 SL-401 螯合树脂分离—FAAS 法测定生物样品中的微量 Cu^{2+} 和 Zn^{2+} 的一种方法。将该法用于牛心、猪心和猪肝等生物样品中微量金属离子的测定, 取得了满意的结果。

关键词: 生物样品测试; 螯合树脂; 离子交换; 原子吸收分光光度法

中图分类号: R 112.1

文献标识码: A

引 言

生物样品中微量金属元素的测定是生物样品成分分析的重要部分。通常, 采用的方法有: 荧光光度法^[1]、石墨炉原子吸收光度法^[2]、X 射线荧光光度法^[3] 和 ICP—AES 法^[4] 等。由于微量金属离子铜、锌的生物效应, 因此, 它们在生物样品中的含量很受关注^[1,5]。在上述文献中, 使用的仪器多是价格昂贵的实验仪器, 同时由于生物样品基体复杂, 存在基体干扰的问题。本文用螯合树脂分离—火焰原子吸收分光光度法 (FAAS) 测定了生物样品中的 Cu^{2+} 和 Zn^{2+} 。建立了一种测定该类样品中微量金属元素的新方法。

1 实验部分

1.1 仪器和主要试剂

原子吸收分光光度计 (WYX-402B 型, 沈阳分析仪器厂), 酸度计 (PHS-2 型, 上海雷磁分析仪器厂)。具— $\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{COOH})\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}$

$(\text{CH}_2\text{COOH})_2$ 官能团的 SL-401 多氨基羧基螯合树脂 (北京第五研究所研制)。氧化锌、铜片为基准试剂, 铜、锌标准储备溶液制备分别为: 称取 0.500 0 克金属铜加热溶于 10 mL 体积比为 1:1 HNO_3 中, 蒸发至近干, 加入 5 mL 浓 H_2SO_4 , 蒸至冒白烟后, 冷却, 转移至 500 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 质量浓度为 1.00 mg/mL; 称取恒重过的 ZnO 基准试剂 0.622 3 克, 用体积比为 1:1 HCl 溶解, 定容至 500 mL。该储备溶液的质量浓度为 1.00 mg/mL。所用水为去离子水 (常州电磁厂)。其它试剂均为 A. R. 品级试剂。

1.2 实验方法

1.2.1 SL-401 树脂柱洗脱实验

研磨后的树脂用标准方法处理后^[6], 装柱, 树脂床为 $\Phi 4\text{ mm} \times 3\text{ cm}$ 。金属离子在两相中分配系数测定的预实验确定, 在 $\text{pH}=3.5$ 时, Cu^{2+} 和 Zn^{2+} 的分配系数分别是 1.2×10^3 和 6.8×10^2 , 因此, 可将 $\text{pH}=3.5$ 的 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 混合溶液以 0.5 mL/min 的速度过柱后, 分别用 0.5 mol/L、1.0 mol/L、2.0 mol/L 的 HCl 溶液洗脱金属离子, 洗脱速度为 0.5 mL/min, 分部收集于 25 mL 的容

* 收稿日期: 2000-04-26

作者简介: 孙英 (1963—), 女, 辽宁沈阳人, 实验师, 主要从事工业分析方面的研究。

量瓶内，稀释至刻度。在 WYX-402B 型原子吸收分光光度计上测定吸光度。以洗脱体积为横坐标，吸光度为纵坐标，绘出洗脱曲线。

1. 2. 2 工作曲线

定量移取质量浓度为 10 μg/mL 的 Cu²⁺ 工作溶液 0. 50 mL、2. 00 mL、4. 00 mL、8. 00 mL，调节至 pH=3. 5，分别过柱，用 2 mol/L 的 HCl 溶液洗脱，收集于 25 mL 的容量瓶中，定容，测定其吸光度。绘制 Cu²⁺ 工作曲线。另移取质量浓度为 25 μg/mL 的 Zn²⁺ 工作溶液 0. 50 mL、1. 00 mL、2. 00 mL、4. 00 mL，用测定 Cu²⁺ 工作曲线相同的方法，建立 Zn²⁺ 工作曲线。

1. 2. 3 样品分析测定步骤

将新鲜牛心、猪心和猪肝洗净，凉干后，用捣碎机捣碎成浆状。称取样品各两份，分别置于三角瓶内。平行空白样品一份。加入 10 mL 混合酸 V (HNO₃) : V (HClO₄) = 1 : 1，盖上无颈漏斗，消解、蒸发至近干，用去离子水溶解，定量转移到 100 mL 容量瓶内，定容。定量移取部分样品，加入 φ (三乙醇胺) = 10% 30 mL 以掩蔽 Fe³⁺，以 0. 5 mL/min 的速度过柱。在此条件下，Cu 和 Zn 离子达到定量吸附。用 2 mol/L 的 HCl 溶液洗脱，收集于 25 mL 容量瓶中，定容。测定其吸光度。

用相同的实验方法完成加标回收实验。

2 结果和讨论

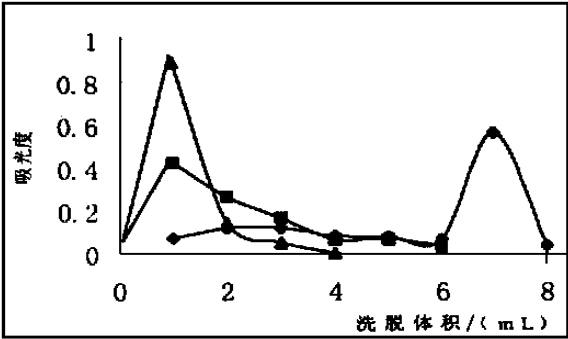
2. 1 金属离子的洗脱条件

从 Cu²⁺ 和 Zn²⁺ 的洗脱实验得到的洗脱曲线如图 1 和图 2 所示。由图可知，当 HCl 洗脱溶液的浓度仅为 0. 5 mol/L 时，洗脱峰较低，半峰宽度大，曲线拖尾严重。当 HCl 洗脱液的浓度增高至 2 mol/L 时，金属离子的洗脱峰尖削，半峰宽度小，无拖尾现象。当 HCl 洗脱液浓度为 1. 0 mol/L 时，洗脱曲线形状介于两者之间。因此，本文金属离子的洗脱溶液的浓度选择为 2 mol/L。洗脱体积为 5 mL。

2. 2 工作曲线

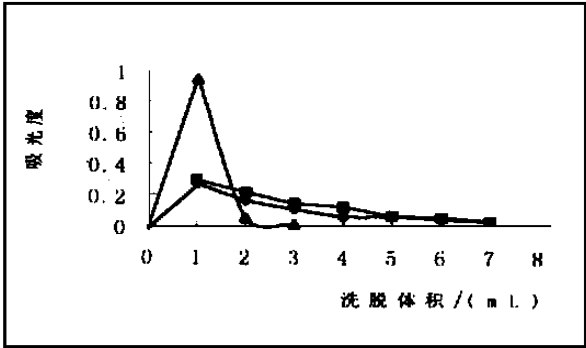
在最佳条件下测定 Cu²⁺ 和 Zn²⁺ 的工作曲线。图 3 所示的 Cu²⁺ 工作曲线表明，在 0—80 μg/25 mL 的实验范围内保持良好的线性关系。Cu²⁺ 的工作曲线的回归方程是：y=28. 5x+7. 3，相关

系数 γ=0. 999 7。用同样的方法得到 Zn²⁺ 离子的工作曲线，在 0—100 μg/25 mL 的实验范围内保持良好的线性关系。其回归方程是：y=42. 9x+28，相关系数 γ=0. 998 3。



◆: 0. 5 mol/L; ■: 1. 0 mol/L; ●: 2. 0 mol/L

图 1 Cu²⁺ 的 HCl 洗脱曲线



■: 0. 5 mol/L; ◆: 1. 0 mol/L; ●: 2. 0 mol/L

图 2 Zn²⁺ 的 HCl 洗脱曲线

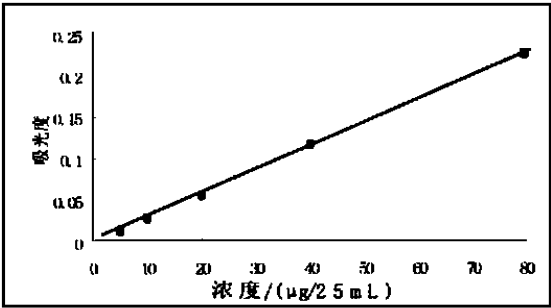


图 3 Cu²⁺ 的工作曲线

2. 3 样品测定

对新鲜牛心、猪心和猪肝等实际样品中微量 Cu²⁺ 和 Zn²⁺ 的测定结果列于表 1 和表 2。表 3 是 Cu²⁺ 和 Zn²⁺ 的加标回收率测定结果。由各表的数据表明，本文所建立的方法可以应用于生物样品中微量金属元素的测定。

表 1 Cu ²⁺ 分析测定结果						
试样	牛心		猪心		猪肝	
	1	2	1	2	1	2
质量/ g	0. 495 9	0. 477 6	0. 461 5	0. 474 8	0. 441 4	0. 433 0
含量/ (μg/ g)	20. 5	20. 8	26. 8	25. 3	27. 2	27. 7
平均值/ (μg/ g)	20. 6		26. 0		27. 5	

表 2 Zn ²⁺ 分析测定结果						
试样	牛心		猪心		猪肝	
	1	2	1	2	1	2
质量/ g	0. 169 9	0. 252 8	0. 114 7	0. 097 5	0. 120 7	0. 101 6
含量/ (μg/ g)	100	101	101	107	167	158
平均值/ (μg/ g)	100		104		163	

表 3 Cu ²⁺ 和 Zn ²⁺ 的加标回收率测定						
试样	牛心		猪心		猪肝	
	测定值, %	平均值, %	测定值, %	平均值, %	测定值, %	平均值, %
Cu ²⁺	95. 2	98. 1	108	104	111	106
	101		99. 0		100	
Zn ²⁺	97. 6	97. 1	98. 9	100	102	95. 4
	96. 6		101		88. 8	

参考文献:

[1] 高振宗, 张邦牢, 张文惠, 等. 聚乙烯吡咯烷酮增敏荧光光度法测定生物样品中的痕量锌 [J] . 分析化学, 1997, 25 (10): 1 234.

[2] 罗晓芳, 王荣, 秦文华, 等. 石墨炉原子吸收法测定生物材料中微量银 [J] . 理化检验 (化学分册), 1997, 33 (9): 417—418.

[3] 刘树文, 严方. X 射线荧光分析法测定生物样品中的硒 [J] . 分析化学, 1998, 26 (2): 239.

[4] 杨燕, 陈鹏钢. ICP—AES 法同时测定过量摄氟大鼠生物样品中常微量元素 [J] . 化学工程师, 1997, 2: 21—22.

[5] 丁亚平, 倪其道. 导数光谱 CPD 法同时测定生物样品中的铜和锌 [J] . 中国科技大学学报, 1997, 27 (1): 121—124.

[6] 何炳林, 黄文强. 离子交换树脂与吸附树脂 [M] . 上海: 上海科技教育出版社, 1995. 124.

FAAS Determination of Trace of Cu²⁺ and Zn²⁺ in Biological Samples by
Separation with SL—401 Chelating Ion Exchanger

SUN Ying, DENG Jian

(Department of Chemical Engineering, Jiangsu Institute of Petrochemical Technology, Changzhou 213016, China)

Abstract: In this paper the conditions of enrichment of the traces of Cu²⁺ and Zn²⁺ by SL—401 multi—amino—carboxylic chelating resin with the group of —CH₂N (CH₂COOH) CH₂CH₂N (CH₂COOH)₂ were studied. A new method of the FAAS determination of the traces of Cu²⁺ and Zn²⁺ in biological samples by separation with SL401 resin was established. It was used for the determination of the traces of Cu²⁺ and Zn²⁺ in cattle or pig heart and liver biological samples respectively and the satisfactory results were obtained.

Key words: determination of biological samples; chelating ion exchanger; ion exchange; atomic absorption spectrometric method