

FAAS 法测定千年不烂心中硒的含量^①

谢明霞 周媛^② 苑丽华^a

(三峡大学天然产物研究与利用湖北省重点实验室 湖北省宜昌市 443000)

^a(宜昌市中医院 湖北省宜昌市大学路 8 号 443002)

摘 要 探讨了湖北恩施产千年不烂心中硒含量的测定方法, 采用 APDC-MIBK 体系络合萃取, 分离富集后, 以火焰原子吸收光度法进行测定。本法克服了硒原子化效率低以及稳定剂铜对测定的干扰。方法的相对标准偏差为 4.90%, 回收率为 96.0%—98.5%。

关键词 火焰原子吸收法, 千年不烂心, 硒。

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2008)02-0095-03

1 前言

千年不烂心(*Solanum Cathayanum* Wu et Huang), 别名排风藤, 苦茄。茄科茄属植物, 仅产我国^[1], 为传统中药。千年不烂心在誉为硒都的湖北恩施地区有着丰富的资源, 也为当地民间习用, 药用全草, 具有清热利湿、解毒消肿之功效。硒是一种人体必需的微量元素, 具有抗肿瘤、防衰老和增强机体免疫力等多种功能。本文对采自湖北恩施的千年不烂心中硒含量的测定方法进行了研究。采用 APDC-MIBK 体系络合萃取, 分离富集后, 以火焰原子吸收光度法进行测定, 结果令人满意, 为更好地开发利用地方中草药提供研究基础。

2 实验部分

2.1 样品来源

千年不烂心采自湖北恩施。

2.2 仪器与试剂

2.2.1 仪器

美国 Varian Spectr 公司 AA-200 型原子吸收分光光度计, 日本岛津公司 ER-180A 1/万全自动分析天平。

2.2.2 试剂

甲基异丁酮(MIBK, AR): 使用时用去离子水饱和;

缓冲溶液: 醋酸铵 231.0g 以去离子水溶解, 加入 67.0g EDTA, 溶解, 以重蒸馏水定容至 1000mL。

① 基金项目: 三峡大学天然产物研究与利用湖北省重点实验室开放基金

② 联系人, 电话: (0717) 6397478; E-mail: zhouyuyuan@163.com

作者简介: 谢明霞(1983—), 女, 湖南省郴州市人, 在读硕士生, 主要从事天然药物开发研究工作。

收稿日期: 2007-09-26; 接受日期: 2007-10-22

硫酸铜溶液: 准确称取硫酸铜(AR) 5. 0g, 溶于 100mL 水中, 配成 5% 硫酸铜溶液。

硒标准溶液^[2]: 准确称取光谱纯金属硒 1g 溶于 10mL 硝酸中, 蒸发至干, 加少量水, 再蒸发至干, 重复 2—3 次, 然后用 10% 盐酸溶解残渣, 并用 10% HCl 稀释至 1000mL 作为标准贮备液, Se 浓度为 $1000\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。使用时用 1. 5% 盐酸液稀释为 $100\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。作为标准工作液。所用化学试剂均为分析纯, 实验用水均为去离子水。

2. 3 仪器工作条件

仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

波长 (nm)	灯电流 (mA)	光谱通带 (nm)	燃烧器高度 (mm)	空气流量 (L · min ⁻¹)	乙炔气流量 (L · min ⁻¹)	氩气流量 (L · min ⁻¹)
196. 0	5. 0	0. 5	5. 0	13. 5	2. 0	0. 35

2. 4 样品制备

将千年不烂心晾干, 粉碎, 过 80 目筛, 称取 10. 0000g 左右样品, 加少许水润湿后, 再加 50mL HNO₃-HClO₄(4+ 1), 放置过夜, 以电热板消化至白色残渣, 取下放冷, 加 20mL 25% HCl 溶解, 加热蒸发至冒白烟, 维持 10min, 将 Se(VI) 还原为 Se(IV), 用去离子水溶解转移至分液漏斗中, 以氨水调节溶液 pH 值, 至甲基橙由橙红色变为黄色。向分液漏斗中加入 1mL 5% 硫酸铜稳定剂、2mL 1% APDC、1. 0mL 醋酸铵缓冲液、20mL MIBK, 振摇萃取, 静置分层后, 分取 MIBK 相作为分析试液。

2. 5 硒校准曲线的绘制

分取含硒 $100\mu\text{g}/\text{mL}$ 的校准工作液 0. 00、0. 20、0. 40、0. 60、0. 80、1. 00mL 于 125mL 分液漏斗中, 加入去离子水约 30mL, 加入甲基橙指示剂, 以氨水调节至甲基橙由橙红变为黄色。按 2. 4 样品制备操作, 分取 MIBK 相 20mL。配成标准系列。此系列含硒浓度为 0. 00、1. 00、2. 00、3. 00、4. 00、5. 00 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 测定吸光度, 以浓度对吸光度绘制校准曲线, 并建立线性回归方程。

3 结果与讨论

3. 1 线性回归方程的建立及线性关系

按 2. 3 以及 2. 5 方法依次测定各硒标准溶液的吸光度 A 值, 并进行线性回归, 得回归方程: $A = 0. 0010 + 0. 010C(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}) \quad r = 0. 9989$

3. 2 样品测定结果及精密度

按 2. 3 仪器工作条件测定 2. 4 制备的 MIBK 相分析试液。结果见表 2。

表 2 样品测定结果

(n= 8)

Se 测量值($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)								平均值	RSD(%)
1	2	3	4	5	6	7	8		
1. 56	1. 49	1. 50	1. 54	1. 60	1. 46	1. 58	1. 51	1. 52	4. 90

从表 2 可知, 湖北恩施产的千年不烂心中含有较高的硒, 为 $3. 04(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$ 。方法的相对标准偏差为 4. 90%。

3. 3 加标回收试验

为验证测定方法的可靠性, 对样品进行了加标回收试验。取 2. 4 样品制备得到的 MIBK 相分析试液 2. 00mL, 加入 2. 00mL $2. 00\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的 MIBK 相的硒标准液, 混匀, 测定。样品加标回收率为

96. 0% —98. 5%, 平均回收率为 97. 3%。结果见表 3。

表 3 加标回收率测定结果

编号	样品含量 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	标准加入量 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	加标后测定值 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	1. 56	2.00	1. 76	98. 0	97. 3
2	1. 49	2.00	1. 72	97. 5	
3	1. 50	2.00	1. 72	97. 5	
4	1. 54	2.00	1. 72	96. 0	
5	1. 60	2.00	1. 77	97. 0	
6	1. 46	2.00	1. 70	97. 0	
7	1. 58	2.00	1. 76	97. 0	
8	1. 51	2.00	1. 74	98. 5	

4 结 论

本法通过A PDC-MIBK 体系萃取富集,既可以克服硒的原子化效率低测定困难的缺点,同时也消除了稳定剂及其他金属离子对测定的干扰,具有较好的准确度和精密度,在 0—5 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 之间线性关系良好,相对标准偏差为4. 90%,回收率为96. 0%—98. 5%。测定结果表明生长在湖北恩施的千年不烂心中含有较高的硒,为3. 04($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)。

参考文献

[1] 余甘霖,沈力,易东阳等. 长江三峡库区中草药资源调查研究[J]. 实用中医药杂志, 2005, 21(3): 187—189.
[2] 周媛,仇华,刘敏. 宣产葛根中微量元素含量测定[J]. 光谱实验室, 2003, 20(6): 874—876.

Determination of Selenium in *Solanum Cathayanum*
by Flame Atomic Absorption Spectrometry

XIE Ming-Xia ZHOU Yuan YUAN Li-Hua^a

(Hubei Key Laboratory of Natural Products Research and Development, College of Chemistry and Life Science,
Three Gorges University, Yichang, Hubei 443000, P. R. China)
^a(Yichang Hospital of TCM, Yichang, Hubei 443002, P. R. China)

Abstract The selenium in *Solanum cathayanum* was extracted with APDC and MIBK and determined by FAAS, it not only overcomes the low efficiency of atomization, but also eliminates the disturbance from the stabilizer Cu^{2+} . The relative standard deviation is 4. 90%. The recovery is 96. 0% —98. 5%.

Key words FAAS, *Solanum Cathayanum*, Selenium.

本刊可上网查阅

由于本刊在 2001—2009 年被《中国核心期刊
(遴选) 数据库》收录, 全文上网, 因此, 读者、作者
均可直接上网查阅。网址:

- http://www.periodicals.net.cn
- http://www.wanfangdata.com.cn
- http://gpsys.periodicals.net.cn
- http://gps.chinajournal.net.cn