

珍珠明目滴眼液中微量钙的共沉淀分离原子吸收光谱分析

梁爱惠, 蒋治良, 王秀丽

桂林工学院材料与化学工程系, 广西 桂林 541004

摘要 采用硝酸锶-碳酸钾共沉淀分离富集珍珠明目滴眼液中的微量钙, 用原子吸收分光光度法测定其含量。进样溶液钙浓度在 $0.0 \sim 20.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内与其 422.7 nm 处的吸光度成良好线性关系, 检出限为 $0.06 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。该法用于珍珠明目滴眼液中钙的测定, 具有灵敏、简便、快速、准确、重复性好, 平均回收率为 $97.0\% \sim 98.3\%$, 相对标准偏差 RSD 为 0.4% 。

关键词 钙; 共沉淀; 原子吸收分光光度法; 珍珠明目滴眼液

中图分类号: O657.3 文献标识码: A 文章编号: 1000-0593(2007)01-0184-02

引言

火焰原子吸收分光光度法测定钙具有灵敏度高、准确性好、分析速度快、操作简便等优点, 已广泛用于地质、冶金、化工、医药、水质分析等。据报道, 磷酸根对钙的测定有干扰^[1, 2], 但可加入镧或锶作释放剂消除干扰。珍珠明目滴眼液是一种由珍珠水解液等制备的眼药水。它具有清热泻火, 养肝明目作用, 适用于肝虚火旺引起视力疲劳症和慢性结膜炎的治疗。由于该样品中磷酸根含量较高而不能直接进样进行原子吸收测定。本文选择硝酸锶和碳酸钾作共沉淀剂, 将珍珠明目滴眼液中微量钙离子沉淀分离富集, 消除了大量磷酸根离子等的干扰, 然后用原子吸收分光光度法^[3]测定。多年的应用效果表明, 本文为监控珍珠明目滴眼液中钙的含量提供了一个实用可靠的测定方法。

1 实验部分

1.1 样品与试剂

珍珠明目滴眼液, 市售。7.0% 硝酸镧, 1.0% 硝酸锶, 20.0% 碳酸钾, 5.0% (v/v) 硝酸, 20.0% 氢氧化钠, 碳酸钙。所用试剂为分析纯, 本实验用水均为去离子水。

1.2 仪器及仪器测定条件

TAS-986 型原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器有限公司), 附电子计算机; 钙空心阴极灯(上海电光器件有限公司), 波长为 422.7 nm , 光谱带宽为 0.4 nm , 灯电流为 10 mA , 燃烧器高度为 4.0 mm , 空气压力为 0.2 MPa , 乙炔流

量为 $1.900 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

1.3 样品处理

取珍珠明目滴眼液 100.0 mL , 用 20.0% 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 11.0, 加入 1.0% 硝酸锶溶液 10.0 mL 和 20.0% 碳酸钾溶液 20.0 mL , 在室温下电磁搅拌 30 min, 用 $0.45 \mu\text{m}$ 的滤膜收集沉淀物, 再用 5.0% (v/v) 硝酸溶液 4.0 mL 溶解, 定量转移到 50 mL 量瓶中, 加 7.0% 硝酸镧溶液 0.5 mL , 用水稀释至刻度, 混匀备用。

1.4 标准溶液

钙标准贮备液($1.00 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$): 称取在 $110 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的 2.4970 g CaCO_3 于烧杯中, 加入 100 mL 去离子水, 然后加入 10 mL 硝酸, 使 CaCO_3 完全溶解, 加热去除 CO_2 ; 冷却后, 用 5.0% (v/v) 硝酸溶液移入 1000 mL 量瓶中, 并稀释至刻度, 混匀。然后用水稀释配制 $100 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 钙标准使用液。

1.5 标准曲线的绘制

取 $0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 \text{ mL}$ $100 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 钙标准使用液于 25 mL 量瓶中, 再分别加入 5.0% (v/v) 硝酸溶液 $3.0, 2.9, 2.8, 2.7, 2.6, 2.5 \text{ mL}$ (钙标准使用液酸度相当于 0.5% 硝酸溶液)、1.0% 硝酸锶溶液 10.0 mL 、7.0% 硝酸镧溶液 0.5 mL , 用水稀释至刻度。按 1.2 仪器及仪器测定条件, 分别测定各标准溶液和空白对照的吸收值, 由计算机绘出标准曲线, 算出回归方程和相关系数分别为 $c = 34.91A - 0.005$, 相关系数 $r = 0.9999$ 。在本工作范围内钙离子浓度在 $0.0 \sim 20.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 内, 其吸收值与浓度之间线性关系良好。

1.6 样品测定

收稿日期: 2005-10-30, 修订日期: 2006-02-17

基金项目: 广西自然科学基金项目(桂科基 0575042)资助

作者简介: 梁爱惠, 女, 1965 年生, 桂林工学院材料与化学工程系高级工程师

e-mail: ahliang@glite.edu.cn

按 1.3 节样品处理方法所得溶液, 照 1.2 仪器及仪器测定条件将样品溶液导入火焰原子吸收分光光度计中, 记录, 计算, 即得。

2 结果与讨论

2.1 沉淀剂用量

加入不同量的 1.0% 硝酸铋溶液和 20.0% 碳酸钾溶液, 按实验方法测定空白及样品的吸收度。结果表明: 当 1.0% 硝酸铋溶液和 20.0% 碳酸钾溶液用量分别为 10.0 和 20.0 mL 时, 样品中的钙已经被沉淀完全, 选取用量分别为 10.0 和 20.0 mL。

2.2 硝酸溶液的用量

按实验方法加入不同量的 5.0% (v/v) 硝酸溶液, 测定空白及样品的吸收度。结果表明, 5.0% (v/v) 硝酸溶液用量从 3.0 ~ 6.5 mL 对吸收度的影响不大, 故本法选择 5.0% (v/v) 硝酸溶液的用量为 4.0 mL。

2.3 硝酸镧溶液用量

按实验方法测定空白及样品的吸收度。结果表明, 7.0% 硝酸镧溶液用量在 0.50 ~ 2.25 mL 对吸收度的影响不大, 故本法选择 7.0% 硝酸镧溶液的用量为 0.50 mL。

2.4 方法的重现性

按实验方法测定 5 份样品, 5 次测定结果的平均值为 $4.16 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1} \text{Ca}$, 相对标准偏差 RSD 为 0.3%。结果表

明, 本法的重复性良好。

2.5 稳定性试验

对同一份样品溶液每 24 小时测定一次, 钙含量测定结果 5 次的平均值为 $4.16 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, RSD= 1.3%。试验结果表明, 在 96 h 内结果稳定。

2.6 检出限

在实验条件下, 对钙含量为 $0.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的空白溶液进行 11 次吸收度的测定, 平均吸收度为 0.000 9, 标准偏差 (SD) 为 0.000 6, 求得检出限为 $0.06 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1} \text{Ca}$ 。

2.7 样品分析

按实验方法, 测定了 5 份珍珠明目滴眼液样品, 结果如表 1。并取 100.0 mL 已知含量为 $4.15 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的样品, 加入钙标准溶液 ($100.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$) 3.0 mL, 按实验方法, 测定 5 次, 回收率在 97.0% ~ 98.3% 之间, 平均回收率为 97.6%, RSD 为 0.4%, 回收率结果令人满意。

Table 1 Analytical results

样品	单次测定钙含量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	平均值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	RSD /%
1	4.17, 4.16, 4.14, 4.15, 4.14	4.15	0.3
2	3.28, 3.26, 3.24, 3.21, 3.23	3.24	0.8
3	2.85, 2.84, 2.83, 2.89, 2.84	2.85	0.8
4	3.36, 3.38, 3.39, 3.32, 3.39	3.37	0.9
5	2.20, 2.26, 2.24, 2.25, 2.22	2.23	1.1

参 考 文 献

- [1] SUN Han-wen (孙汉文). Atomic Absorption Spectral Technique (原子吸收光谱分析技术). Beijing: Science Press (北京: 科学出版社), 1992.
- [2] LIU Ke-ling (刘克玲). Spectroscopy and Spectral Analysis (光谱学与光谱分析), 2005, 25(1): 95.
- [3] BAI Yu, OUYANG Jian-ming, BAI Yan, et al (白钰, 欧阳健明, 白燕, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis (光谱学与光谱分析), 2004, 24(8): 1016.

Determination of Trace Calcium in Pearl Eye Drops By Coprecipitation Atomic Absorption Spectrophotometry

LIANG Ai-hui, JIANG Zh-liang, WANG Xiu-li

Department of Materials and Chemical Engineering, Guilin University of Technology, Guilin 541004, China

Abstract The trace calcium in pearl eye drops was analyzed by atomic absorption spectrophotometry after the $\text{SrNO}_3\text{-K}_2\text{CO}_3$ coprecipitation. The absorbance at 422.7 nm is linear with the calcium concentration in the range of $0.020\text{--}0.20 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$. The detection limit is $0.06 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1} \text{Ca}$. A new atomic absorption spectrophotometric method was proposed for the determination of calcium in pearl eye drops, with some advantages including high sensitivity, simplicity, rapidity and accuracy. The recovery is in the range of 97.0%–98.3% ($n=5$). The RSD is 0.4%. It proved a good method for the determination of calcium in pearl eye drops.

Keywords Calcium; Coprecipitation; Atomic absorption spectrophotometry; Pearl eye drops

(Received Oct. 30, 2005; accepted Feb. 17, 2006)