

方波伏安法测定罗布麻叶中锌含量

范维刚^① 荣群

(新疆农业大学化学化工学院 乌鲁木齐市 830052)

摘要 使用 BAS 100A 电化学分析仪,应用方波伏安法测定了罗布麻叶中锌的含量。在 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲液($\text{pH}=10$)中, -860mV 峰电位下产生一个灵敏峰,检测罗布麻叶中的锌,以校准曲线法定量。建立了回归方程 $y(\mu\text{A}) = 52.52 + 1610.79x(\mu\text{g}/\text{mL})$, 相关系数 $r = 0.9582$ 。回收率为 97.04%, RSD 为 0.72%。方法简便快速、灵敏度高。

关键词 方波伏安法, 罗布麻叶, 锌。

中图分类号: O657.14

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2006)05-0984-03

1 前言

锌是人体中必需的微量元素,具有重要的生理功能和营养作用,被称为生命的火花。缺乏锌,人体就不能正常生长发育,关于锌的分析测定已有报道^[1-3]。罗布麻是多年生半灌木草本植物,属夹竹桃科。广泛生长在盐碱、沙荒地,集中分布在新疆、内蒙、甘肃、青海等省、区,对预防和治疗高血压、高血脂、冠心病、哮喘病、气管炎等疾病有较好的效果^[4,5]。罗布麻叶内含多种微量元素,对微量元素的分析有:电化学分析、比色分析、AAS 法、ICP 法、荧光分光光度法等。其中电化学分析具有精密度、灵敏度高,选择性好,试剂消耗少,操作简单快速等优点,本文报道了采用方波伏安法测定罗布麻叶中锌含量,方波伏安法(SWV)又称现代方波伏安法,它是一种多功能、快速、高灵敏度和高效能的电分析方法,从 20 世纪 70 年代起一出现就因其突出的优点得到特别关注。此方法也可以用来测定河水、自来水中痕量锌。方法简便、灵活准确,取得了令人满意的结果。

2 实验部分

2.1 仪器、试剂与材料

BAS 100A 电化学分析仪(美国 BAS 公司),三电极系统,电热板,超级恒温槽。所用试剂均为分析纯,实验用水为高纯水。锌为高纯锌(深圳博物标本研究所制),罗布麻叶采于新疆库尔勒地区。

2.2 锌标准溶液的配制

称取 0.075g 高纯锌粒溶于浓硝酸并定容于 25.00mL 容量瓶中,其浓度为 3mg/mL,逐渐稀释至操作液浓度为 3.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,待用。

2.3 实验方法^[6]

吸取一定量含锌溶液于 25mL 比色管中,加入 1.0mL 0.75mol/L 乙二胺,1 滴 0.1% 溴酚红

① 联系人,电话:(0991)8909819; E-mail: fan_weigang2004@yahoo.com.cn

作者简介:范维刚(1976—),男,山东省泰安市人,讲师,主要从事分析化学的研究与教学工作。

收稿日期:2006-05-01;接受日期:2006-06-09

指示剂, 用 HCl 溶液调至黄色, 再用 NaOH 溶液调至恰呈紫红色, 此时 pH 值为 6.8, 继续加入 1.0 mL $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液 ($\text{pH} = 10$), 定容于 25 mL。置于 25°C 水浴恒温 10 min, 取出后在 BAS 100A 电化学分析仪上进行测定。调节扫描电压范围为 -500—-1200 mV, 峰电位为 -860 mV。

3 结果与讨论

3.1 校准曲线的绘制

准确移取 3.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的锌标准溶液 0.1、0.3、0.5、0.7、0.9 mL 按 2.3 节实验方法项操作。以浓度为横坐标, 电流值为纵坐标, 绘制校准曲线如图 1。得到回归方程为: $y(\mu\text{A}) = 52.52 + 1610.79x$ ($\mu\text{g}/\text{mL}$), 相关系数 $r = 0.9582$ 。

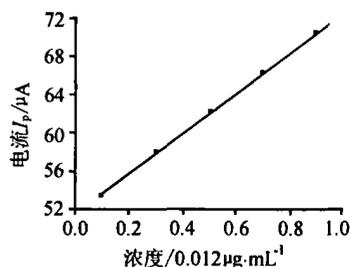


图 1 锌溶液校准曲线

表 1 样品含量测定结果 ($\mu\text{g}/\text{g}$)

样品编号	测定结果	平均结果
1	1.7188	1.7297
2	1.7969	
3	1.7594	
4	1.6438	

3.2 样品消化及测定

准确称取罗布麻干叶粉 2.000 g, 加入 10 mL 浓硝酸, 放置过夜。再加入 5 mL 高氯酸, 放在电热板上加热消化, 在此过程中, 不断补充高氯酸, 当呈现无色时即达消化终点。然后定容于 50 mL 容量瓶中, 吸取 2.0 mL 按实验方法项操作测定。含量测定结果见表 1。方波伏安曲线见图 2。

从表 1 中可知罗布麻叶中含有一定量的锌, 在饮用罗布麻茶治病的同时可以补充体内的锌。

3.3 酸度实验

酸度会改变被测组分的存在状态, 并影响电极反应, 故做了酸度实验。结果表明 pH 值在 5.6—7.5 范围内测定结果相同, 此时所得峰高最大、稳定且灵敏度高, 于是选择了 $\text{pH} \approx 6.8$ 。

3.4 共存离子的影响

800 倍的 NH_4^+ ; 400 倍的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Ag^+ ; 200 倍的 Mn^{2+} ; 0.10 mol/L 的 Cl^- ; 0.20 mol/L 的 I^- 均不干扰测定。

3.5 预富集时间

峰电流随预富集时间的增大而增大, 但超过大约 5 min 呈下降趋势, 根据实际情况选用 1—2 min 即可满足分析要求。

3.6 回收率实验

取已知含量的样品溶液适量, 精确加入一定量的标准锌, 按上述条件测定回收量, 并计算回收率, RSD 为 0.72%, 结果见表 2。

试样量 (μg)	加标量 (μg)	回收量 (μg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
0.6875	3.0	3.6130	97.52	97.04
0.6875	3.0	3.6080	97.35	
0.6875	3.0	3.5748	96.24	

从表 2 可知, 回收率在 96.24%—97.52% 之间, 平均回收率为 97.04%, 本法可作为测定罗布麻叶锌含量的方法。

4 结论

近年来, 中药材中微量元素与其疗效的关系日益受到关注。在中药材药效发挥过程中, 微量元

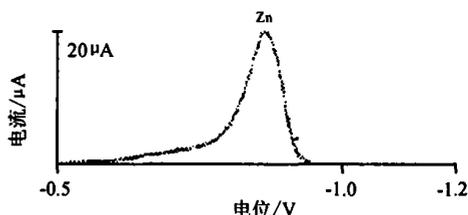


图 2 Zn 的方波伏安曲线

峰电位 = 0.86 V; 峰电流 = $6.1581 \times 10^{-5} \mu\text{A}$ 。

素的协同作用不可忽视,研究和测定中药材中的常见元素,不仅可为中药药理作用的研究提供基础数据,也能为中药材的鉴定提供依据^[7-9]。本实验采用方波伏安法测定了罗布麻叶中锌元素的含量,结果为 $1.7297\mu\text{g/g}$ 。同时又做了共存离子的影响、预富集时间和回收率的实验,均得到满意结果。此项研究为罗布麻资源的开发利用作了一点有益的工作。

参考文献

- [1] 滕毓敏主编. 分析化学[M]. 天津: 天津大学出版社, 1990. 515.
- [2] 陈秀华, 汪含玉. 极谱分析新技术及其应用[J]. 化学试剂, 1990, 12(3): 143.
- [3] 秦光明, 张天温. 极谱法同时测定粮食中铜、锌、锰含量[J]. 分析试验室, 1988, 7(8): 58.
- [4] 张振杰. 药用罗布麻(红麻)叶的化学成分研究[J]. 中草药通讯, 1974, (1): 21—24.
- [5] 邢声远. 天然医疗保健纤维—罗布麻[J]. 北京纺织, 2000, 22(2): 15.
- [6] 沈亚如, 赵康, 丁雷等. 吸附伏安法测定茶叶和水中锌[J]. 冶金分析, 1996, 16(4): 23—25.
- [7] 廖自基编著. 微量元素的环境化学及生物效应[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1992. 231—274.
- [8] 付传祥, 汪天惠, 田发安等. 护肝神速溶保健茶中几种微量元素含量测定[J]. 微量元素与健康研究, 1994, 专辑: 47.
- [9] 唐桂英, 杨秀环, 詹星耀. 石墨炉原子吸收法测定饮料和中药中的锆[J]. 光谱学与光谱分析, 1994, 11(6): 55.

Determination of Zinc in *Apocynum Venetum L.* by Square Wave Voltammetry

FAN Wei-Gang RONG Qun

(College of Chemical Engineering, Xinjiang Agricultural University, Urumqi 830052, P. R. China)

Abstract The content of zinc in *Apocynum Venetum L.* was determined by square wave voltammetry on BAS 100A electrochemical analyzer with Sensitive peak at -860mV in the $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ ($\text{pH} = 10$) medium. The corresponding regression equation is $y(\mu\text{A}) = 52.52 + 1610.79x$ ($\mu\text{g/mL}$), $r = 0.9882$. The recovery of zinc was 97.04% and relative standard deviation was 0.72%. The method is simple, quick and sensitive.

Key words Square Wave Voltammetry, *Apocynum Venetum L.*, Zinc.

《光谱实验室》实际售价连续 3 年下降

由于投稿数量不断增加,为了保证出版周期,《光谱实验室》从 2006 年第 1 期开始,在 2005 年的基础上,每期正文增加页码 16 页,而售价保持不变:

2003 年售价: 20 元/册,页码为 160 页/册,平均 0.125 元/页;

2004 年售价: 25 元/册,页码为 208 页/册,平均 0.120 元/页。

2005 年售价: 25 元/册,页码为 224 页/册,平均 0.112 元/页。

2006 年售价: 25 元/册,页码为 240 页/册,平均 0.104 元/页。

因此,实际售价连续 3 年下降。

《光谱实验室》编辑部