

来稿摘登

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定
蛇毒提取物中的微量元素

付 昀* 沙丽清

(中国科学院西双版纳热带植物园, 昆明 650223)

1 引言

近年来,人们越来越重视对蛇毒的研究,从中提取有效成分以抑制某些病毒的发展。有少量文章报导蛇体内各组织中微量元素的测定,而对蛇毒提取物中微量元素的测定尚未见报道。本研究对比了两种样品的处理方法,对 As 和 Se 进行了氢化物发生法和常规雾化法的测定比较,同时测定了组织成分与蛇毒提取物相似的人发标准物质,得到满意的结果。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂 IRIS Advantage-ER 光谱仪(美国 Thermo Jarrell Ash 公司),中阶梯光栅,旋流雾室,CID 检测器 512×512 像素,检测器工作温度-50℃;氢化物发生器。用 0.5 mol/L HNO₃ 将各单元素标准溶液(国家标准物质研究中心制)稀释配制成混合标准溶液。人发标准物质(GBW 09101 国家标准物质研究中心制)。0.9% KBH₄-0.2% NaOH 溶液(用时当天配制)。所用试剂均为优级纯。

2.2 样品处理 (1)称取样品 0.5000 g 置于 100 mL 锥形瓶中,加入 3 mL 硝酸和 3 mL 硫酸,加热分解至试样完全溶解,冷却后,滴加入过氧化氢,直至溶液澄清,定容待测;(2)称取样品 0.5000 g 置于 100 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 硝酸和 1 mL 高氯酸,加热分解至试样完全溶解,取下加入 2 mL 1(V/V) 盐酸微微加热,溶解,定容待测。

2.3 工作参数的选择 高频功率 1150 W,载气压力 0.22 MPa,进样速率 1.85 mL/min,积分时间:长波段(>280 nm)10 s;短波段(<280 nm)20 s;冷却气流量:11 L/min;载气流量:0.5 L/min。波长(nm):As 189.0, Hg 253.6, Pb 220.3, Se 196.0, Ca 317.9, Cu 324.7, Fe 238.2, Mg 285.2, Na 588.9, P 213.6, Zn 213.8。

3 结果与讨论

3.1 两种处理方法的比较 本实验所测的元素中 Ca、Mg、P、Na、Fe、Zn、Cu、Pb,用两种方法处理进行测定,回收率都较好(方法1的回收率在 85.6%~114.2%之间;方法2的回收率在 94.6%~111.9%之间);HNO₃-HClO₄ 混酸消化系统更好一些(回收率:94.6%~111.9%)。而 As、Se、Hg 是低沸点盐的元素,容易挥发,HNO₃-HClO₄ 混酸消化系统 As、Se、Hg 容易损失,回收率偏低(65.5%~89.8%)。As 和 Se 用 H₂SO₄-HNO₃-H₂O₂ 消化系统较好(回收率:87.9%~96.6%)。样品中的无机汞和有机汞化合物经 H₂SO₄、HNO₃ 加热消化,转化为离子态汞还原成为元素汞,极易挥发、损失。这两种方法测定汞都不理想,回收率低(39.8%和 51.9%)。

3.2 氢化物发生法测定砷和硒 对于测定生物样品中痕量的 As 和 Se,传统的气动雾化进样使样品的实际利用率很低(<5%),灵敏度不够高,难于检测含量在检出限附近的待测液。氢化物发生法将待测元素充分富集,提高了 As 和 Se 的检测灵敏度,降低了检出限。本文采用 0.9% KBH₄ 的弱碱性溶液为还原剂,待测液酸度在 2.0~3.5 mol/L(HCl 介质),As 和 Se 被还原为气态氢化物,由 Ar 气载入 ICP-AES 进行测定,获得较好结果。

本方法已成功用于蛇毒提取物中微量元素测定。