

灵芝孢子粉中微量镁的测定方法

王宪生, 王书民, 石启英 (商洛学院化学系, 陕西商洛 726000)

摘要 采用EBT水溶液光度法测定灵芝孢子粉中的微量镁。试样用 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4(4:1)$ 湿消化, 三乙醇胺掩蔽 Fe^{3+} 离子后, 在pH值为10.5的氨性缓冲溶液中, Mg^{2+} 与EBT生成可溶于水的酒红色络合物, 在分光光度计波长为520 nm处测定其吸光度。测定结果的相对偏差仅为2.15%, 相对标准偏差 $<2.5\%$, 加标回收率为96.6%~100.8%。结果表明, 改进后的方法操作简便, 测定快捷, 干扰小, 准确度、精密度与标准法一致。

关键词 湿消化; 分光光度法; 灵芝; 微量镁

中图分类号 O653 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2007)19-05661-01

Discussion on Determination Method of Micro Magnesium in Spore Powder of Ganoderma lucidum

WANG Xiansheng et al (Department of Chemistry, Shangluo University, Shangluo, Shaanxi 726000)

Abstract EBT water-soluble fluid luminosity was used to determine the micro magnesium in Ganoderma lucidum spore powder. After the sample was digested with $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4(4:1)$, and shielded Fe^{3+} by tri-ethanolamine, in the ammonia buffer solution with pH value of 10.5, Mg^{2+} and the EBT produced the clear complex compound that could dissolve in the water and its absorbance was determined at the spectrophotometer wave length of 520 nm. The relative deviation for determined result was only 2.15% and the relatively standard deviation $<2.5\%$. The standard recovery rate was in 96.6%~100.8%. The result indicated that the improved method was simple in operation, quick in determination, slight in disturbance and its accuracy and precision were consistent with that of the standard method.

Key words Wet digestion; Spectrophotometry; Ganoderma lucidum; Micro magnesium

灵芝, 又称灵芝草或灵草, 是我国传统的名贵中药材, 被民间称为“仙草”, 其药用及保健价值早已为人们所认可^[1]。灵芝的实体、孢子粉、菌丝体均可入药, 含有有机锗和硒、灵芝酸及多种矿物质元素(如K、Mg、Ca、Mn、Fe、Mo等), 还含有多糖类、蛋白质及多种酶^[2]。现代医学及大量药理研究表明, 灵芝具有调节免疫、保肝、抗肿瘤、延缓衰老、防止动脉硬化、提高肌体耐缺氧能力等功效^[3]。

灵芝中微量元素的测定主要采用石墨炉原子吸收光谱法^[4-5]和ICP-AES法^[6]。这些测定方法虽然速度快、效果好, 但因仪器昂贵、操作技术难掌握, 所以在普通实验室难以应用。采用EBT水溶液光度法测定灵芝中微量镁, 操作简便, 测定快速, 准确度和精密度均较好, 收到了良好的试验效果。该法是将试样用 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ 湿消化后, 先用三乙醇胺掩蔽 Fe^{3+} 等干扰离子, 然后在pH值为10.5的氨性缓冲溶液中, 镁与EBT生成可溶于水的酒红色络合物, 在分光光度计波长为520 nm处测定其吸光度。

1 材料与方 法

1.1 主要仪器 ESJ60-4型电子分析天平(上海龙腾电子有限公司); 721或722型分光光度计(上海精密科学仪器有限公司)。

1.2 试剂的配制

1.2.1 氧化镁标准溶液。准确称取0.1000 g经650℃左右灼烧过的氧化镁(光谱纯)于小烧杯中, 加入10 mL 6 mol/L HCl溶液, 低温加热溶解, 冷却后用水定容于1000 mL容量瓶中。移取25.00 mL溶液于250 mL容量瓶中, 用水定容, 配成镁标准工作溶液。该溶液中含氧化镁10 μg/mL。

1.2.2 氨性缓冲溶液(pH值10.5)。称取5.0 g氯化铵, 用20 mL水溶解后, 加入85 mL氨水, 用水定容于250 mL容量瓶中。

1.2.3 2.0 g/L EBT-1,2-丙二醇。准确称取0.0500 g铬黑T(EBT)指示剂于烧杯中, 少量1,2-丙二醇溶解后, 转入250 mL

容量瓶中, 用1,2-丙二醇定容。

1.3 试验方法 取5.0 mL 10 μg/mL镁标准工作溶液于50 mL容量瓶中, 加入2.0 mL三乙醇胺溶液, 摇匀后静置5 min, 滴加1滴甲基红指示剂, 先用NaOH溶液中和至橙色, 再用HCl溶液调至恰变红色, 加入5.0 mL氨性缓冲溶液和5.0 mL EBT-1,2-丙二醇, 用水稀释至刻度, 摇匀。以试剂空白为参比, 用1 cm吸收池于520 nm处测定其吸光度, 并与试样同时做试剂空白试验。

2 结果与分析

2.1 吸收光谱的选择 试验表明, 在pH值为7~11的碱性溶液中, Mg^{2+} 离子与EBT生成可溶于水的酒红色络合物, 其最大吸收波长为520~540 nm, 镁含量在0.08~1.2 μg/mL范围内遵守比尔定律。

2.2 酸度的影响 试验表明, 在pH值为10.0~10.9时, 显色体系吸光度最大且稳定, 超出该pH值范围络合物的吸光度有所下降。因此, 加入5.0 mL pH值为10.5的氨性缓冲溶液, 以保证试验中的待测体系pH值稳定在10.2左右。

2.3 共存离子的影响 灵芝中铁、钙及少量铜、锌干扰镁的测定。试验证明, Fe^{3+} 可用三乙醇胺溶液掩蔽, 且过量的三乙醇胺对测定无影响。但使用三乙醇胺掩蔽 Fe^{3+} 时, 必须先在pH值 <4.0 的条件下加入, 然后碱化^[7]。否则, 在碱性溶液中, Fe^{3+} 生成 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀后不易被掩蔽。若试液中含有少量 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 等重金属离子, 则可在碱性条件下用KCN或铜试剂予以掩蔽。

试验表明, 在pH值为7~8时, Ca^{2+} 对镁的测定没有影响, 但镁络合物的吸光度偏低; 在pH值为8~11时, Ca^{2+} 对镁的测定的影响很小, 镁络合物具有较大的吸光度; 当pH值为11.7时, 钙和镁的吸光度相等。所以, 在pH值为10.5时, 无需加入试剂以掩蔽 Ca^{2+} 。

2.4 显色剂的用量 由于EBT水溶液易发生分子聚合而变质, 且在碱性溶液中EBT易为空气中的氧或氧化性离子氧化而褪色。而在实际操作中, 存在着终点变化不明显、指示剂

作者简介 王宪生(1954-), 男, 陕西澄城人, 副教授, 从事分析化学教学与研究。

收稿日期 2007-03-07

(下转第5673页)

(上接第5661页)

易发生封闭等现象。试验表明,在pH值为10.5的氨性溶液中,镁与EBT生成可溶于水的络合物颜色不稳定,所以显色后必须迅速测定其吸光度。该文中EBT与1,2-丙二醇混合而配成的指示液,既具有较好的稳定性,比相应的EBT水溶液显色明显,又不干扰镁的测定。试验表明,显色剂用量为4.0~7.0 ml时,镁络合物的吸光度大且稳定。该试验中显色剂用量为5.0 ml。

2.5 标准曲线的绘制 吸取0.2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 ml 10 µg/ml 镁标准工作溶液,分别置于50 ml容量瓶中,各加1滴甲基红指示剂,用NaOH溶液调至橙色,再用HCl溶液调至红色,以下操作同试验方法,并绘制标准曲线。

2.6 样品分析 准确称取过60目标准筛的灵芝孢子粉样品2.0000 g于250 ml锥形瓶中,少量水润湿后加入20 ml HNO₃和5 ml HClO₄,盖上表面皿,在电热板上加热消解至体积约为8~10 ml,取下锥形瓶,稍冷后用少量水冲洗表面皿,继续加热至冒浓厚白烟,消化液呈白色透明(如有色,补加HNO₃并加热消化至无色),取下冷却后,无损转入50 ml容量瓶中,加水20 ml,加入2.0 ml三乙醇胺溶液,摇匀后静置5 min,加1滴甲基红指示剂,用NaOH溶液和HCl调至红色。以下操作同试验方法。

以陕西某地灵芝孢子粉为试样,分别采用石墨炉原子吸收光谱标准法和EBT法分析样品5次,其测定结果见表1。

表1 2种方法的测定结果

方法	平均值	µg/g	DE %	RSD %	R %
标准法	2.38		2.10	1.76	96.8~101.2
EBT法	2.33		2.15	2.22	96.6~100.8

由表1可看出,2种方法的相对偏差仅为2.15%,说明同一样品采用2种方法比较测定的结果基本相符,不存在差异。为了检验EBT法的准确度,样品平行测定5次,分别加入10 µg/ml 镁标准工作溶液1.0、2.0、3.0、4.0和5.0 ml进行了加标回收试验,测得其平均回收率为96.6%~100.8%,说明该法的准确度较高。同时,由表1可知,测定结果的相对标准偏差<2.5%,说明该法的重现性好,精密度理想。

参考文献

- [1] 牛君仿,方正,王红庚,等.灵芝有效化学成分研究进展[J].河北农业大学学报,2002,25(5):51-54.
- [2] 苗敬芝.灵芝有效成分的研究与检测[J].彭城职业大学学报,2002,17(1):93-96.
- [3] 张晓云,杨春清.灵芝的化学成分和药理作用[J].国外医药-植物药分册,2006,21(4):152-154.
- [4] 卫生部卫生监督中心卫生标准处.食品卫生国家标准汇编[S].北京:中国标准出版社,1997:1819.
- [5] 乔英,丁艳霞,董学畅,等.原子吸收和原子荧光光谱法测定灵芝中的重金属含量[J].云南民族大学学报,2006,15(4):315-317.
- [6] 唐清,张致芬,詹月辰.ICP-AES法同时测定灵芝中9种矿物元素[J].化学试剂,2006,28(12):739-740.
- [7] 华中师范大学,东北师范大学,陕西师范大学.分析化学实验[M].2版.北京:高等教育出版社,1981:120-121.