

氢化物-发生原子荧光法测定沙棘果中硒含量

于 辉¹, 罗晓冰², 杜 鑫¹, 陈 超¹, 施玉杰¹ (1. 承德护理职业学院医技系, 河北承德 067000; 2. 漯河医学高等专科学校护理系, 河南漯河 462002)

【摘要】 目的 建立测定沙棘果中硒含量的方法。**方法** 采用硝酸-高氯酸微波消解后, 在铁氰化钾-盐酸体系中, 选用最佳氢化物-发生原子荧光法测定硒含量, 采用标准曲线法进行定量分析。**结果** 该法线性范围为 0~10 μg/mL, 检出限为 0.046 μg/mL, 回收率为 96.5%~103.0%, 相对标准偏差为 1.45%。**结论** 本方法简单、准确, 适合于中药材沙棘果中硒的含量测定。

【关键词】 沙棘果; 硒; 氢化物-发生原子荧光法

DOI:10.3969/j.issn.1672-9455.2013.14.055 文献标志码:A 文章编号:1672-9455(2013)14-1874-02

沙棘性温, 味酸涩; 入肝、胃、大小肠经。沙棘的根、叶、花、果、籽均可入药, 沙棘的果实中含花青素、槲皮素等生物活性成分达 190 多种。其中的氨基酸多达 18 种, 包括人体内必需但体内不能合成的 8 种; 还含丰富的天然维生素 E、β 胡萝卜素、黄酮、不饱和脂肪酸及钙、铁、锌、钾、硒等多种微量元素。沙棘油从沙棘果、籽、皮中提取, 浓缩了沙棘全身之精华, 对人体心血管疾病、消化道疾病、免疫系统疾病、皮肤病等有明显的综合治疗和保健作用, 被科学家称之为“液体黄金”, 享有“世界植物之奇”、“维生素宝库”和“高原圣果”之称。

硒是人体必需的微量元素, 适量补充硒可提高人体免疫力, 预防肿瘤和心血管等疾病的发生^[1]。硒的安全和适宜摄入量为 50~400 μg/d^[2]。研究表明, 硒的生理活性功能与硒存在的形态密切相关, 生物体中的硒(特别是有机硒)是人类营养硒来源的基本渠道, 即使部分来自于动物等副食品, 但从食物链的角度看, 它还是来自植物硒源。因此, 生物硒资源的状况直接地影响到人类的硒营养状况, 对生物样品中硒的测定方法研究就显得非常重要^[3]。本文利用氢化物-发生原子荧光法测定沙棘果中硒, 旨在为沙棘药用开发提供参考。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 AFS-230 型双道原子荧光光度计, 配有专用硒空心阴极灯和计算机处理系统; 断续流动氢化物发生器进样系统; New Human U P 900 型超纯水器(韩国 Human 公司); 电子天平 BT125D(北京赛多利斯天平仪器厂); SFG-01B.500 黄石市恒丰医疗器械有限公司电热恒温鼓风干燥箱 WX-4000 温压双控微波消解系统(上海屹尧分析仪器有限公司)。本法所用试剂均为优级纯, 硝酸、盐酸、高氯酸为优级纯; 实验用水为超纯水(电阻率为 18.3 M·cm)。硼氢化钾溶液(20 g/L): 称取 5.0 g 硼氢化钾溶于 250 mL 2 g/L 的氢氧化钠溶液中, 临用前配制。载流: 10% 盐酸溶液, 取 100 mL 浓盐酸稀释至 1 000 mL。盐酸(6 mol/L): 将浓盐酸和水等体积混合。铁氰化钾溶液(100 g/L): 取 50.0 g 铁氰化钾(优级纯), 溶于 500 mL 超纯水中。硒标准溶液: 100 μg/mL。沙棘果(鲜品)来源于承德宇航人公司。

1.2 方法

1.2.1 样品处理 取 1 g 干燥粉碎样品经微波消解后冷却, 将消解液洗入干净的 100 mL 小烧杯中, 低温蒸发至 1 mL 时, 加入 6 mol/L 的盐酸 5 mL, 继续加热至微沸 5 min, 以使 6 价硒还原为 4 价硒。冷却后完全转移至 50 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 10% 铁氰化钾, 用 10% 盐酸溶液定容到刻度, 摇匀待测。

1.2.2 标准曲线的绘制 分别取 0.2、0.6、1.0、1.4、1.8、2.2、2.6、3.0、3.4、3.8 mL 硒标准溶液于聚四氟乙烯消化罐中, 按 1.2.1 方法步骤进行处理, 制作的标准系列浓度为 0.2、0.6、1.0、1.4、1.8、2.2、2.6、3.0、3.4、3.8 μg/mL。

1.2.3 仪器工作条件 负高压 300 V, 灯电流 60 mA, 原子化器高度 8 mm, 原子化器温度为 200 ℃, 载气流量 500 mL/min, 屏蔽气流量 1 000 mL/min, 读数方式为峰面积, 读数延迟时间 2 s, 读数时间 10 s, 测量方法为标准曲线法。

1.2.4 样品分析 打开机器, 设定仪器工作条件, 输入相关参数, 原子化器点火, 仪器预热 30 min。启动自动进样系统, 依次测定空白、工作曲线、样品的荧光强度。仪器自动计算测定结果。

2 结 果

2.1 样品含量 按照设定的仪器工作条件, 对沙棘果样品溶液进行 3 次平行测定, 样品溶液硒的浓度为 0.856 μg/mL, 样品含量为 85.60 μg/g。

2.2 方法的线性范围和检出限 在实验确定的最佳工作条件下, 绘制工作曲线。试验表明, 在线性范围内, 硒最高浓度可达 3.8 μg/L, 因此硒浓度线性范围为 0.0~3.8 μg/L。标准曲线方程为: $I = 29.1855C - 0.4300$, 相关系数 $r = 0.9998$ 。检出限(3S/N)为 0.046 μg/mL。

2.3 精密度的试验 对 1.0 μg/mL 标准溶液进行连续 11 次测定, 得出相对标准偏差等于 1.46%, 表明样品重现性良好。

2.4 回收率的试验 以沙棘果样品溶液加入等量的 1.0 μg/mL 标准溶液, 测定 3 次, 回收率结果见表 1。

表 1 沙棘果样品溶液回收率(%)

测定次数	加标前 (μg/mL)	加标量 (μg/mL)	加标后 (μg/mL)	回收率 (%)
1	0.856	1.0	1.826	97.0
2	0.856	1.0	1.886	103.0
3	0.856	1.0	1.821	96.5

3 讨 论

3.1 消解条件的选择 微波消解的特点是化学反应快; 试剂用量少、空白值较低; 样品交叉污染机会少, 可避免硒的挥发, 回收率高; 效率高、操作简单、不污染工作环境; 节能、降耗^[4]。

3.1.1 消解体系、比例与用量选择 试验考察了浓硝酸、浓硝酸与过氧化氢、浓硝酸与浓高氯酸不同的消解体系及比例和用

量。结果表明,浓硝酸与浓高氯酸(8+2)mL 的消化效果最好,故选用浓硝酸与浓高氯酸(8±2)mL 的混合酸为消解体系。

3.1.2 消解时间的选择 消解完全彻底是保证测量准确度的基础,消解时间是关键。为得到最佳消解时间,作消解时间与荧光强度的关系试验。试验结果表明,消解 10 min 的样品液荧光强度最理想,样品消解完全,所以消解时间设定为 10 min。

3.2 仪器工作条件的选择

3.2.1 原子化器的高度 原子化器的高度是影响荧光信号的一个重要参数。通过作原子化器高度与荧光强度的关系试验表明,原子化器的高度为 8 mm 时,荧光强度最好,信噪比最佳,原子化效率最好。

3.2.2 负高压的选择 光电倍增管负高压越高,测定的灵敏度越好,但负高压过高使信号噪音偏高。在 210、240、260、270、280、290、300、310 V 条件下,测定 1.0 μg/mL 硒标准溶液的荧光强度,计算信噪比。负高压在 300 V 时信噪比最大,所以测定硒时,设定负高压为 300 V。

3.2.3 灯电流的选择 灯电流与灵敏度有关,灯电流过高影响灯的使用寿命。设定硒元素灯电流为 40、50、60、70、80 mA,测定 1.0 μg/mL 硒标准溶液的荧光强度,计算信噪比。灯电流在 60~70 mA 信噪比最好。在满足检测条件的情况下,应尽量采用低电流,以便延长灯电流的使用寿命。因此,选择灯电流 60 mA。

3.2.4 载气流速选择 载气的作用是将氢化物发生时产生的氢化物和氢气导入原子化器,点燃形成氩氢火焰。因此,载气的流速对样品的荧光强度具有重要作用。当载气流速为 400~600 mL/min 时,峰形正常,所以样品测定时选择载气流速为 500 mL/min。

3.2.5 硼氢化钾浓度 硼氢化钾浓度最关键,试验表明,硒的荧光强度随着硼氢化钾浓度增大而增大;当硼氢化钾浓度在 10~25 g/L 范围变化时,荧光强度最强且稳定。本文选择 20 g/L 硼氢化钾进行测定。

3.2.6 载流的选择 设定其他最佳条件,分别以不同浓度的盐酸溶液为载流,测定 1.0 μg/mL 硒标准溶液的荧光强度,结

果表明,10%盐酸作载流时,荧光强度最大,故以 10%盐酸为载流。

3.2.7 共存离子的干扰及消除 在测定过程中,Cu²⁺、Bi³⁺、Ni²⁺等的存在对硒的荧光信号有干扰。文献报道,加入一定量的铁氰化钾做掩蔽剂可消除许多重金属的干扰,并使硒氢化物较好的发生^[5]。实验结果表明,当加入 10%铁氰化钾时,1 000 mg/L 的 Cu²⁺、Bi³⁺、Ni²⁺对硒的测定没有干扰,从而保证了测定结果的准确性。

测定结果表明,沙棘果硒含量较高,这与沙棘果能增强机体的免疫力,抑制肿瘤细胞的生长、消炎、保护肝脏功能相吻合^[6-8]。微波消解氢化物-发生原子荧光光谱法测定沙棘果中的硒,不仅消肿时间短,样品及消解试剂用量少、污染少,而且方法简便、快速、准确可靠。

参考文献

[1] 罗海吉,吉雁鸿. 硒的生物学作用及意义[J]. 微量元素与健康研究,2000,17(2):70-71.
[2] 赵向东. 硒的饮食推荐量[J]. 国外医学:地理学分册,1998,19(1):9-111.
[3] 严小平. 生物样品中硒的测定方法研究进展[J]. 广东微量元素科学,2009,16(1):10-14.
[4] 徐桂杰,可成友,边蕾,等. 有机样品中硒消解方法的研究进展[J]. 山西中医,2009,25(11):49-51.
[5] 高建忠,张庆华. 氢化物发生-原子荧光光谱测定虾中的硒含量[J]. 安徽农业科学,2008,53(21):9095-9096.
[6] 梁立军. 微量元素硒与人体健康[J]. 医学理论与实践,2008,21(3):287-288.
[7] 杜明,王聪,张兰威,等. 硒的生物学功能及其补充剂的研究现状[J]. 生物信息学,2007,17(4):176-178.
[8] 李素娟. 微量元素硒的临床应用新进展[J]. 广东微量元素科学,2009,16(7):8-12.

(收稿日期:2012-12-11 修回日期:2013-02-21)

• 临床研究 •

甲状腺功能亢进性心脏病 62 例临床特点分析

华 强,张斌华,孟祥健,王 勇(皖南医学院附属弋矶山医院内分泌科,安徽芜湖 241001)

【摘要】 目的 探讨甲状腺功能亢进(简称甲亢)性心脏病的发病机制、临床特征、诊断及治疗。**方法** 对 62 例甲亢性心脏病患者(男 24 例、女 38 例)临床资料进行回顾性分析。**结果** 经过积极的抗甲状腺治疗,56 例甲亢性心脏病患者症状好转,3 例疗效欠佳,3 例死亡。**结论** 甲亢性心脏病临床表现多样,容易误诊;及早确诊,有助于改善患者预后、提高临床治疗效果。

【关键词】 甲状腺功能亢进; 心脏病; 发病机制

DOI:10.3969/j.issn.1672-9455.2013.14.056 文献标志码:A 文章编号:1672-9455(2013)14-1875-03

甲状腺功能亢进(简称甲亢)是临床内科中较常见的病,甲亢性心脏病是甲亢常见并发症之一,严重影响患者的生活质量。甲亢发生时由于甲状腺激素直接作用于心肌及周围血管,常引起心血管系统紊乱,从而出现一系列的心脏损害,如心脏肥大、心律失常、心力衰竭,严重者甚至危及生命^[1-2]。本文主要分析甲亢性心脏病的临床特点、治疗情况、发病机制,现报道

如下。

1 资料与方法

1.1 一般资料 2008 年 12 月至 2011 年 12 月在本科室住院的甲亢患者,其中甲亢性心脏病患者 62 例,男 24 例,女 38 例,年龄 21~82 岁,平均(51.2±10.3)岁。甲亢病史 1 个月至 23 年,58 例无心脏病史,4 例伴基础心脏病。其中风湿性心脏病