



# 蒙药“心室Ⅱ号”中微量锗的测定\*

刘宗瑞 金明宣

邓桂春

(内蒙古民族师范学院,通辽 028043) (辽宁大学化学系,沈阳 110036)

斯琴巴特尔

于秀琴

(内蒙古中蒙医院,呼和浩特 010051) (内蒙古自治区医院,呼和浩特 010051)

**摘要** 以丁基罗丹明 B 与锗钼杂多酸形成的三元配合物,测定了对冠心病有较好疗效的蒙药“心室Ⅱ号”中锗的含量。提出了高灵敏度测定痕量锗的新方法,显色体系的表观摩尔吸光系数为  $5.6 \times 10^5 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ , 锗含量在 0~7  $\mu\text{g}/25 \text{ mL}$  范围内服从比尔定律,回收率为 96%~106%。

**关键词** 锗 蒙药 分光光度法

## 1 前言

有关锗(IV)的药理研究与测定已有多篇报道<sup>[1~4]</sup>,但蒙药中微量锗的研究与测定却报道甚少。蒙药“心室Ⅱ号”是一种治疗冠心病的新药,临床有效率为 92%,因此测定蒙药中微量元素锗的含量,对于深入研究锗的药理和开发蒙药新领域有着重要的意义。

## 2 实验部分

### 2.1 试剂与仪器

锗标准溶液:称取适量  $\text{GeO}_2$ (A·R)于一小烧杯中,加入少量 3%  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液和 0.3 g 固体 NaOH,溶解完全后,滴加 0.5 mol/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液,加热,赶尽  $\text{H}_2\text{O}_2$  后冷却至室温,定容于 250 mL 容量瓶中作为储备液,使用时再稀释至 2.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

$1 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$  丁基罗丹明 B(BRB)溶液;

$2.5 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$  钼酸铵溶液( $\text{MoO}_4^{2-}$  计);

1% 阿拉伯树脂胶(Arg)溶液,使用前过滤;

0.5 mol/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$ (G.R)溶液;

95% 乙醇溶液;

所用水均为二次石英亚沸蒸馏水;

UV-240 型分光光度计,日本岛津公司产;

721 型分光光度计。

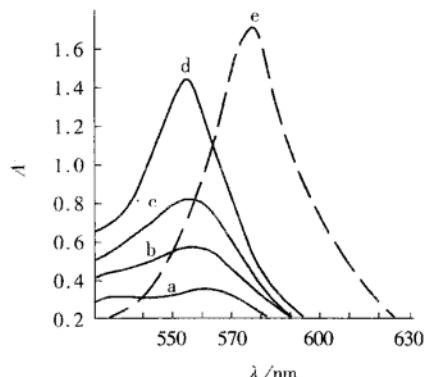
### 2.2 实验方法

移取锗标准溶液 2.0 mL 于 25 mL 容量瓶中,加入  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.4 mL,钼酸铵 1.3 mL。摇匀,放置 5 min,依次加入  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5.5 mL, BRB 2.0 mL, Arg 2.0 mL, 无水乙醇 0.4 mL。摇匀后用水定容。放置 15 min 后,以试剂空白为参比,用 1 cm 比色皿在 550 nm 处测定吸光度。

## 3 结果与讨论

### 3.1 吸收光谱

按实验方法显色后,测得试剂与配合物的吸收光谱如图 1 所示。不论锗与试剂浓度比过量与否,配合物的最大吸收波长的位置和形状均不发生变化,配合物的  $\lambda_{\text{max}} = 550 \text{ nm}$ ;而试剂的  $\lambda_{\text{max}} = 572 \text{ nm}$ ,对比度为  $\Delta\lambda = 22 \text{ nm}$ 。



$C_{\text{Ge(IV)}} \text{ mol/L}$ : a -  $1.37 \times 10^{-6}$ ; b -  $1.39 \times 10^{-6}$ ; c -  $2.2 \times 10^{-6}$ ; d -  $2.75 \times 10^{-6}$ .  
 $C_{\text{BRB}} = 1 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$ ;  $C_{\text{MoO}_4^{2-}} = 2.5 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$ ;  $C_{\text{ARG}} = 1\%$ ;  
a ~ d -  $\text{Ge(IV)} - \text{Mo} - \text{BRB}$  络合物对试剂空白;  
e - 试剂空白对水

图 1 丁基罗丹明 B 和 Ge-Mo 杂多酸的吸收光谱

### 3.2 显色酸度及显色后体系的酸度改变

在酸性条件下,体系中定量地形成锗钼杂多酸与丁基罗丹明 B 缩合物而显色。实验证明,锗钼杂多酸的形成酸度( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )为 0.3~0.6 mL,本实验选择 0.4 mL;显色反应的酸度( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )为 5~6 mL,本实验选择加入 5.5 mL。

\* 内蒙古高等学校科研基金资助项目

收稿日期:1998-10-17

### 3.3 表面活性剂的选择

在不同酸度、温度及乙醇存在下,实验了单独使用 CTMAB、ArG、 $\beta$ -CD、PVN 等对该显色体系的影响,并将其两者组合进行试验,结果表明,ArG 在 1.6 ~ 2.4 mL 吸光度最大且基本恒定,故本实验选择加入 2.0 mL,乙醇在 0.3 ~ 0.5 mL 吸光度最大且基本恒定,本实验选择加入 0.4 mL。

### 3.4 显色剂和其它实验条件的选择

丁基罗丹明 B 在 1.5 ~ 2.2 mL, 钼酸铵在 1.2 ~ 1.4 mL 吸光度最大, 本实验选择加入 BRB 2.0 mL, 钼酸铵 1.3 mL。实验表明在室温条件下显色反应进行完全且吸光度值可稳定 10 h 不变。

### 3.5 工作曲线

Ge(IV) 的浓度在 0 ~ 7  $\mu\text{g}/25 \text{ mL}$  范围内符合比尔定律, 线性回归方程  $y = 0.398x + 1.26$ ,  $r = 0.9992$ 。计算得体系的表观摩尔吸光系数  $\epsilon = 5.62 \times 10^5 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ 。

### 3.6 共存离子的影响

按实验方法操作, 在 5  $\mu\text{g Ge(IV)}/25 \text{ mL}$  中, 以吸光度值改变不超过  $\pm 5\%$  为前提, 实验了近二十种共存物质的影响。至少允许 500 倍以上的  $\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ ; 200 倍以上的  $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、

$\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ ; 10 倍以上的  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Si}^{4+}$ 、 $\text{P}^{5+}$ 、 $\text{Ti}^{4+}$  等干扰严重。

### 3.7 样品分析

将球状“心室 II 号”研磨后, 通过 0.18 mm (80 目) 筛孔, 平行称取试样 2.00 g 三份, 于 100 mL 烧杯中, 空白取 5.0 mL 水, 然后各加入浓硝酸 20 mL, 浸泡 2 h, 在砂浴上加热赶尽红棕色气体。加 1 mL 水, 1 mL 高氯酸, 继续加热近干, 滤去白色残渣, 然后用四氯化碳萃取分离后定容至 25 mL。取一定量的试液按实验方法测定吸光度, 分析结果见表 1。

表 1 蒙药“心室 II 号”中 Ge(IV) 的测定

编 号	加入 Ge(IV)/ $\mu\text{g}$	测定 Ge(IV)/ $\mu\text{g}$	回收率/%
1	10.0	1.88	96
2	10.0	2.12	106
3	10.0	2.06	103

### 参 考 文 献

- 孔祥瑞. 必须微量元素的营养生理及临床意义. 合肥: 安徽技术出版社, 1982.
- 庞志功, 等. 用三元络合荧光法监测有机锗吸收代谢的血药浓度. 化学通报, 1993, 9: 39
- 顾东蕾, 等. 有机锗抗癌药研究进展. 国外药学——合成药生化药剂手册. 1988, 9(1): 4
- 王增田. 全国第一届锗研讨会, 锗化合物的药理毒理作用及应用. 上海: 1990.

## THE DETERMINATION OF TRACE Ge(IV) IN MONGOLIAN DRUG “VENTRICLE II”

Liu Zongrui, Jin Mingxuan

(Inner Mongolia Teachers' College for Nationalities, Tongliao 028043) (Department of Chemistry, Liaoning University, Shenyang 110036)

Siqin Bateer

(Inner Mongolia Hospital, Huhhot 010051) (Inner Mongolia Traditional Chinese Hospital, Huhhot 010051)

Deng Guichun

Yu Xiuqin

**ABSTRACT** This paper describes the spectrophotometric determination of trace Ge in Mongolian drug “Ventricle II” that has better curative possibilities for a coronary heart disease by the reducing of a ternary complex between butyl rhodamine B and Ge - Mo heteropoly acid. The molar absorptivity is  $5.6 \times 10^5 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ . Beer Law is obeyed over the range of 0 ~ 7  $\mu\text{g}/25 \text{ mL}$  for Ge. Owing to being added a suitable amount of alcohol, the sensitivity of the reaction is increased, and recovery is in the range of 96% ~ 106%.

**KEYWORDS** Ge, Mongolian drug, spectrophotometry

### 中国分析测试协会第四届会员代表大会在北京召开

中国分析测试协会第四届会员代表大会于 1998 年 12 月 22 日至 24 日在北京中国科技会堂隆重召开。出席会议的代表共 122 人。会议的任务是审议第三届理事会工作报告、审议协会章程修改草案和选举第四届理事会。经过代表们充分、热烈的讨论, 一致通过了关于中国分析测试协会第三理事会工作报告的决议和关于修改中国分析测试协会章程的决议。会议以无记名投票方式选举产生了第四届理事会理事 57 人。新一届理事会举行会议选举产生了第四届理事长、副理事长、常务理事。一致通过决议聘请卢嘉锡同志为协会名誉理事长。

在闭幕式上, 国家科学技术部副部长惠永近同志到会并作了重要讲话。  
(毛如增)

### 高速液体色层分析法用新检测器

日本研究开发了高速液体色层分析法用的高精度检测器 RS - 8000。这种检测器可以装入高速液体色谱仪作为 RADIO LC 系列使用。其最大特点在于闪烁器。与紫外线高速液体色谱仪相比, RS - 8000 的检测精度约提高 100 倍。此外, 它还具有如下特点:(1)不用液体闪烁器, 简化了放射性废弃物的处理;(2)能用液相色谱淋洗剂(HPLC)和联机处理作连续放射能测定;(3)用离子交换、冻胶过滤等任何方式都能进行分析。  
摘自《计量与测试技术》1999(1):21