

电感耦合等离子体-原子发射光谱法 测定中药中微量元素

刘磊^① 杨艳^a

(青海省柴达木综合地质矿产勘查院实验室 青海省格尔木市昆仑南路 12 号 816000)

^a(青海省格尔木市第一中学 青海省格尔木市 816000)

摘要 采用电感耦合等离子体-原子发射光谱法测定了 7 种清热解毒中药中微量元素 **K、Ca、Mg、Mn、Cu、Zn** 和 **TFe** 的含量。探讨了微量元素与中药疗效之间的联系。选取样品中的大青叶对各测定元素做了加标回收率实验,回收效果良好;并选取金银花做精密度实验,**RSD** 均小于 2%。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法;中药;微量元素

中图分类号: **O657.31**

文献标识码: **B**

文章编号: 1004-8138(2010)05-4964-04

1 引言

中药之所以有效,必有其物质基础所在,这就要研究中药的有效化学成分。中药中目前所发现的微量元素大致分为必需元素、非必需元素以及有害元素 3 类,其中必需元素有 **TFe、Mn、Co、Zn、Cu、I、V、Cr、F、Sr** 等,非必需元素有 **Si、B、As、Al、Ba、Ti、Zr** 等,有害元素有 **Hg、Pb、Bi、Be、Cd** 等^[1]。

中药药用价值与其富含的微量元素有直接的关系。微量元素与人体健康密切相关,人体内缺少微量元素会导致各种疾病。近年来,一些研究表明,微量元素具有某些生物活性作用,将某些富含微量元素的中药,用于疾病的治疗,有可能调整体内微量元素变化所引起的紊乱。中药在防治许多常见病,多发病,特别是对人类威胁最大的癌症、心血管等疾病方面显示出广阔的前景^[2,3]。

本文采用电感耦合等离子体-原子发射光谱法对金银花、板蓝根、大青叶、垂盆草、白花蛇舌草、半边莲和蚤休中的微量元素 **K、Ca、Mg、Mn、Cu、Zn** 和 **TFe** 进行了测定。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

2.1.1 仪器

715ES 电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 **Varian** 公司);**ICP**-灯炬管(美国 **Varian** 公司);**DHG-9140A** 型恒温鼓风干燥箱(上海一恒科技有限公司);全自动电子分析天平(上海精密科学仪器有限公司);**1810B** 型自动双重纯水蒸馏器(上海申力实验机厂);微波消解仪(美国 **CEM** 公司)。

2.1.2 仪器工作条件

功率(**kW**): 1.00; 等离子气流量(**L/min**): 15.0; 辅助气流量(**L/min**): 1.50; 雾化气(**kPa**): 200; 一次读数时间(**s**): 5.000; 稳定时间(**s**): 12; 进样时间(**s**): 23; 清洗时间(**s**): 8。

① 联系人,手机:(0)13909796671; E-mail: mayh150@163.com

作者简介:刘磊(1983—),男,河南省林县人,助理工程师,主要从事电感耦合等离子光谱仪的测试工作。

收稿日期:2010-01-14;接受日期:2010-03-03

2.1.3 试剂与原料

HNO_3 、 HClO_4 、 HCl 、 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 、 MnO_2 、 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、 ZnO 、 $\text{MgCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、 CaCO_3 均为分析纯试剂。实验用水为二次蒸馏水。

金银花、板蓝根、大青叶、垂盆草、白花蛇舌草、半边莲和蚤休各 20g。

2.2 校准曲线的建立

2.2.1 混合标准溶液的配制

准确称取各种元素的基准试剂, 配制成浓度 1.0mg/L 的储备液, 分别取: TFe 5mL; Mg 5mL; Mn 2mL; Zn 2mL; Cu 2mL; K 5mL; Ca 5mL 于 100mL 容量瓶中, 用 2% HNO_3 溶液定容, 摇匀。

2.2.2 分析谱线的选择

根据样品存在的元素和大概含量, 找出无干扰或干扰小的谱线, 见表 1。

表 1 分析谱线的选择

元素	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	K	Ca
谱线(nm)	261.4	279.8	257.6	324.8	213.9	766.5	422.7

2.3 样品测定

2.3.1 样品的处理

先将药材用自来水快速冲洗干净, 然后用二次蒸馏水漂洗, 置于 105℃ 恒温干燥箱中干燥 1 天。再将药材捣碎用玛瑙研钵研磨粉碎, 准确称取 1.0000g 于微波消解管中, 加 10mL HNO_3 过夜, 补加 HNO_3 10mL, HClO_4 5mL, 在微波消解仪中保持 160℃ 状态下进行消解, 40min 后, 取出, 在赶酸器中赶酸待剩余体积为 1mL 左右, 取下冷却, 加 2mL 硝酸稍微加热溶解后转移到 100mL 容量瓶中用二次蒸馏水定容并摇匀, 用电感耦合等离子体-原子发射光谱法测强度值^[4]。同样条件下做空白 2 份。

2.3.2 微量元素的测定

实验对中药中的 7 种元素进行测定, 其结果见表 2。

表 2 中药中微量元素的含量

($\mu\text{g/g}$)

元素	金银花	板蓝根	大青叶	垂盆草	白花蛇舌草	半边莲	蚤休
TFe	308	814	1423	1616	1442	1568	818
Mg	951	502	1429	1212	1274	1396	1071
Mn	52.05	24.93	89.26	117	216	122	85.05
Cu	12.68	8.41	13.45	16.01	14.08	13.10	8.64
Zn	33.62	14.65	48.91	58.83	130	64.01	42.15
K	748	627	747	644	704	684	476
Ca	1392	902	2108	2232	1925	1856	1883

2.3.3 加标回收实验

称取 1.0000g 同一批干燥的粉碎大青叶 2 份, 按样品分析步骤进行分析。取其中 1 份加 20mL 混合标液, 用 2% HNO_3 定容并摇匀, 做加标回收实验, 其结果见表 3。

2.3.4 精密度实验

按设定的分析程序, 对样品进行 6 次平行分析测定, 计算相对标准偏差, 结果见表 4。

表 3 大青叶的加标回收实验

元素	试样测定值 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标试样测定值 (mg/L)	加标回收率 (%)
TFe	5.69	6.00	11.28	93.17
Mg	5.76	6.00	11.72	99.33
Mn	0.36	0.40	0.75	97.50
Cu	0.054	0.20	0.23	88.00
Zn	0.20	0.40	0.58	95.00
K	2.99	4.00	7.00	100.2
Ca	8.43	8.00	16.34	98.88

表 4 金银花样品精密度

元素	测定结果($\mu\text{g/g}$)						RSD($n=6, \%$)
TFe	311	300	305	298	311	307	1.79
Mg	968	951	933	975	936	938	1.87
Mn	51.88	52.97	52.48	52.05	50.84	51.23	1.51
Cu	12.31	12.45	12.18	12.21	12.68	12.52	1.56
Zn	32.57	33.62	32.07	33.59	33.18	33.58	1.95
K	750	733	755	730	748	722	1.77
Ca	1395	1384	1358	1392	1349	1399	1.52

3 结果与讨论

3.1 消解时的温度

温度是化学反应的重要影响因素。在低温加热阶段起作用的是硝酸受热分解形成原子态的氧和氮氧化物对有机物进行氧化分解。此时如果温度过高会使酸和有机物反应形成不易氧化的硝基化合物,从而延长消解时间,而且即使得到较澄清的溶液也不能保证有机物被完全消解。结果表明,160°C,40min 消解最佳。

3.2 元素含量与药效之间的关系

(1) 从表 2 中可以看出,被测中药中 TFe、Mg、Ca 的含量普遍偏高,其次为 K,而 Mn、Cu、Zn 的含量较低。

(2) TFe 与蛋白质形成的转铁蛋白、乳铁蛋白直接组成体内的抗菌物质,转铁蛋白使血浆中游离的三价铁降低,使代谢过程铁的移动受到抑制,乳铁蛋白能破坏阴性菌的胞浆,阻止细菌在白细胞内和吞噬细胞内生长繁殖期抗菌作用^[5,6]。Mg 是酶反应的重要配体之一,缺乏时导致钾离子浓度降低,钠离子浓度升高,细胞内外的渗透压平衡被破坏,引起高血压和其他病变^[1,7]。Ca 除作为骨质主要构成外,还能增加毛细血管致密度,降低其通透性,减少渗出,起抗炎、消肿、抗组织胺作用^[2]。这 7 种中药中含 TFe、Mg、Ca 丰富,可能是他们具有清热解毒之功效的主要原因。

(3) 而 Mn、Cu、Zn 含量虽然不高,但作用很大。Mn、Zn 是人体上千种酶的组成成分和激活因子,同时 Zn 还能参与核酸和蛋白质的合成,影响细胞分裂、生长、再生,增强机体抗感染能力,达到抗炎抗菌的作用^[2]。TFe 与 Cu 参与造血,是血红蛋白合成的活性因子,它们的络合物具有抗炎消菌的作用。Mn 能提高机体免疫力,刺激抗毒素的合成。这些离子与活性成分共同或协同作用抗菌消炎^[1]。

(4) 本实验结果提供了中药中 TFe、Mg、Ca、Mn、Cu、Zn、K 7 种微量元素的数据,为医学工作者探讨中药中元素含量与疗效之间的关系提供了科学依据。

参考文献

- [1] 王刚, 陈建荣, 林炳承. 中药中微量元素的测定的研究进展[J]. 药物分析杂志, 2002, **22**(2): 151.
- [2] 祁嘉义. 临床元素化学[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003. 72—73.
- [3] 廖华军, 郭素华. 原子吸收光谱在分析中药微量元素中的应用[J]. 福建分析测试, 2004, **13**(1): 1927—1929.
- [4] 陈新坤. 电感耦合等离子体原子发射光谱法原理和应用[M]. 天津: 南开大学出版社, 1987. 196.
- [5] 邹盛勤. 桑叶中微量元素的测定分析[J]. 广东微量元素科学, 2004, **11**(1): 22—23.
- [6] 杨自军, 郭社映. 八十种中药微量元素基础值分析[J]. 中兽医学杂志, 1997, **5**(3): 36—37.
- [7] 周本宏, 刘怀香, 罗顺香等. 常用明目中药中微量元素的分析[J]. 药品检测, 1998, **13**(2): 112—113.

Determination of Trace Elements in Chinese Traditional Medicine by ICP-AES

LIU Lei YANG Yan^a

(Laboratory of Chaidamu Comprehensive Geology Investigation Team, Golmud, Qinghai 816000, P. R. China)

^a(No. 1 Middle School of Golmud, Golmud, Qinghai 816000, P. R. China)

Abstract Trace elements, TFe, Mg, Ca, Mn, Cu, Zn and K of seven kinds of Chinese traditional medicine were determined by ICP-AES to reveal the relation between the effect of medicine and the trace elements. Recovery was also determined with leaves of isatis tinctoria with satisfactory results. RSD was also determined with honeysuckle, which was less than 2%.

Key words ICP-AES; Chinese Traditional Medicine; Trace Elements

1980多种核心
期刊从12400
多种中文期刊
中脱颖而出

北京高校图书馆期刊工作研究会最新评选结果汇编
北京大学图书馆馆长朱强等主编
北京大学出版社出版

各学科5500多
位专家参加了
审查工作, 评议
指标高达80种

《中文核心期刊要目总览》(2008) 化学/晶体学类核心期刊一览表

序号	刊名	序号	刊名	序号	刊名
1	高等学校化学学报	10	分析测试学报	19	化学试剂
2	分析化学	11	化学通报	20	功能高分子学报
3	化学学报	12	分子科学学报	21	光谱实验室
4	催化学报	13	分析科学学报	22	合成化学
5	无机化学学报	14	中国科学(B辑), 化学	23	人工晶体学报
6	物理化学学报	15	化学进展	24	影像科学与光化学
7	有机化学	16	理化检验(化学分册)	25	计算机与应用化学
8	分析实验室	17	分子催化	26	核化学与放射化学
9	色谱	18	化学研究与应用		