

ICP-AES 测定中药黄连中微量元素

唐 睿^① 黄庆华 严志红

(广东药学院药科学院 广州市 510006)

摘 要 以 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ 体系湿法消解黄连, 在确定的 ICP-AES 条件下测定其中的 Ca、Cu、Fe、Mg、Mn、Zn 元素含量。结果表明该方法相对标准偏差为 2.4%—6.6%, 回收率在 92.5%—103.9% 之间。湿法消解和 ICP-AES 测定黄连中 6 种微量元素, 方法简便可靠。

关键词 消解, 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 黄连, 微量元素。

中图分类号: O657.31

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2006)03-0500-03

1 前言

黄连也称味连、鸡爪连、川连。为毛茛科植物黄连 (*Coptis Chinensis* Franch.)、三角叶黄连 (*Coptis Deltaidea* C. Y. Cheng et Hsiao)、云南黄连 (*Coptis Teeta* Wall.) 的干燥根茎。具有清热燥湿、泻火解毒功效, 我国入药已有两千多年的历史。药理研究表明, 黄连具有抗病源微生物、降血糖、抗氧化等作用。临床用于治疗细菌性痢疾、糖尿病及其并发症、浅表性胃炎、部分口腔疾病等^[1]。

微量元素在维持人体正常生理活动中起着重要作用。中药材由于其所含微量元素的种类、含量差别结合其有机成分对疾病表现出不同治疗效果。一般含 Fe 高的中药常用来补气补血; 含 Mn 高的药材常表现出滋阴的功效; Zn 含量高的药材表现出清热活血的特性^[2]。因此在分析药材中有机成分的同时对其微量元素的种类和含量进行分析也是有必要的。

方清茂^[3]等采用 AAS 法测定了土壤和所种植的黄连中 As、Pb、Cr、Hg 等元素含量的关系; 王小逸^[4]等采用 HR-ICP-MS 法测定了黄连中与清热解毒有关的 Mg、Zn、Mn、Ca 的含量, 同时测定了生药中 16 种稀土元素。本文采用湿法消解结合 ICP-AES 测定黄连中 6 种被认为与清热解毒作用相关的微量元素的含量。实验结果表明, 方法的精密度和回收率都能满足对生药中微量元素进行分析的要求, 简便可靠。

2 实验部分

2.1 仪器及其工作参数

IRIS/AP 型全谱直读 ICP 光谱仪 (美国热电集团公司): 射频功率 950W, 辅气流量 $0.5\text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 雾化器压力 179.7kPa, 蠕动泵速 100rpm, 积分时间 15s。各元素测定波长: Ca 317.9nm; Cu 224.7nm; Fe 238.2nm; Mg 285.2nm; Mn 257.6nm; Zn 206.2nm。

DGX-9073B-1 型电热鼓风干燥箱 (上海福玛实验设备有限公司); AE240 型电子天平 (瑞士梅

① 联系人, 电话: (020) 39352135; E-mail: dripik@163.com

作者简介: 唐睿 (1974—), 男, 江西省沐阳县人, 助教, 从事分析化学教学科研工作。

收稿日期: 2005-11-18; 接受日期: 2005-12-05

特勒公司); FDMB 型封闭调温加热板(山东永兴仪器厂)。

2 2 试剂

黄连(购自四川); 硝酸(优级纯, 北京化工厂); 过氧化氢(30%, 分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); Ca、Mg 的 $1\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 标准溶液和 Fe、Zn、Cu、Mn 的 $0.1\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 标准溶液(国家标准物质研究中心); 实验用水为去离子水。

表 1 标准溶液的配制

元素	浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)			
Ca	0	10	50	100
Cu	0	0.5	1	2
Fe	0	1	10	20
Mg	0	10	50	100
Mn	0	1	10	20
Zn	0	1	10	20

2 3 校准曲线

按照表 1 所示配制标准溶液并进行测定得到校准曲线。

2 4 样品处理与消解

将黄连清洗后置于 110°C 烘箱中 24h, 使用玛瑙研钵将经过烘干的样品研碎即得到样品粉末。准确称取约 2g 粉末样品于烧杯中。加入硝酸 20mL 后加盖表面皿, 放置电热板上加热至微沸, 待溶液体积为 10mL 左右并且其中无明显颗粒物存在时, 逐滴加入 H_2O_2 直至溶液澄清, 蒸发溶液至干, 用 4% HNO_3 定容于 50mL 容量瓶中待测。同时做试剂空白。

2 5 方法精密度和回收率考察

平行处理 5 份样品, ICP-AES 法检测其中的 Ca、Cu、Fe、Mg、Mn、Zn 元素在生药中的平均含量, 并得到该方法的精密密度。在同一条件下, 加标回收实验测定方法的回收率。

3 结果讨论

3 1 样品测定结果及方法的精密密度

采用湿法消解和 ICP-AES 法对黄连样品中的 Ca、Cu、Fe、Mg、Mn、Zn 6 种元素进行测定, 得到上述微量元素在生药中的含量和该方法的精密密度, 结果如表 2。

表 2 样品中微量元素含量及方法精密密度 ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)

样品	Ca	Cu	Fe	Mg	Mn	Zn
1	1944	13.60	248.9	1350	176.0	217.5
2	2002	11.78	259.5	1396	172.9	201.7
3	2034	12.53	250.1	1343	162.8	212.7
4	1901	11.94	260.8	1328	181.7	228.2
5	1929	12.51	241.4	1382	168.3	209.3
平均含量	1962	12.47	252.1	1360	172.3	213.9
RSD (%)	3.2	6.6	3.7	2.4	4.8	5.3

可见, 生药黄连中这

6 种元素含量基本分为 3 个数量级: 样品中含有大量的 Ca、Mg 元素, 同时 Fe、Mn、Zn 元素的含量也较高, 相对而言 Cu 的含量最低。而较高的 Ca、Mg、Fe、Zn、Mn 元素含量将有利于黄连清热解毒功效^[2,4]的发挥。

此外, 从实验数据的相对标准偏差得出, 对于黄连使用 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ 体系湿法消解和 ICP-AES 测定上述微量元素重现性较好。本方法可在一次分析过程中同时测定这些元素, 简便快捷。

3 2 方法回收率

对该方法进行了回收率考察: 在 3 份平行粉末样品中各加入已配制好的光谱纯试剂储备液, 烘干后进行回收率实验, 结果如表 3 所示。

表 3 方法回收率

	Ca			Cu			Fe			Mg			Mn	
样品中含量(μg)	4123	3883	4151	26 2	24 7	26 4	529 9	499 1	533 5	2858	2692	2877	362 2	341 1
加标量(μg)	4000	4000	4000	20	20	20	500	500	500	3000	3000	3000	200	200
测定量(μg)	8424	7678	8094	43 6	43 9	39 4	1035	958 1	947 7	5934	5976	6200	511 6	544 4
回收率(%)	103 7	97 4	99 3	94 4	98 2	84 9	100 5	95 9	91 7	101 3	105 0	105 5	91 0	100 6
平均回收率(%)	100 1			92 5			96 0			103 9			93 4	

可见,所测定元素的加标回收率在 92 5%—103 9% 之间,表明方法准确度也令人满意。

本方法使用 ICP-AES 测定微量元素可有效消除化学干扰,分析线性范围宽,在实验中可同时测定多种元素,快速、准确。配合湿法消解黄连生药,结果表明,方法的精密度和回收率都令人满意。湿法消解和 ICP-AES 测定黄连中的微量元素,方法简便可靠,可用于生药中微量元素含量测定。

参考文献

- [1] 徐锦堂,王立群,徐蓓 黄连研究进展[J]. 中国医学科学院学报, 2004, 26(6): 704—707.
- [2] 田柱萍,何邦平,王小燕,林锦明 中药材的药效与其所含微量元素关系的研究进展[J]. 微量元素与健康研究, 2005, 22(4): 54—56
- [3] 方清茂,张浩,李昆 川黄连的土壤与药材中部分微量元素的含量[J]. 华西药学杂志, 2002, 17(4): 282—283
- [4] 王小逸, Zhu W, Witkamp G T, 曾衍均 高分辨电感耦合等离子质谱测定黄连中的微量元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2003, 23(6): 1167—1170

Determination of Trace Element of *Coptis Chinensis* by ICP-AES

TANG Rui HUANG Qing-Hua YAN ZhiHong

(School of Pharmacy, Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, P. R. China)

Abstract The *Coptis Chinensis* samples were digested by $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$, and the amounts of Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, Zn in the samples were determined by ICP-AES. The RSDs are 2.4%—6.6% and the recoveries are 92.5%—103.9%. The results are satisfactory.

Key words Digestion, ICP-AES, *Coptis Chinensis*, Trace Element

致本期及以往各期每篇论文的联系 拟赠 2004 年 1- 6 期《光谱实验室》1 套的通知

各有关同志:

感谢你对本刊的支持。

《光谱实验室》2004 年 1- 6 期已出版完毕,共发表论文 349 篇,涉及谱学分析各个分支学科的最新研究成果。如果你认为对你有参考价值的话,可以赠送你一套,净重 2.2kg,邮资自付(普通印刷品 7 元,挂号另加 3 元,请用邮票支付),有意者来信告知收件人和详细地址,同时将邮票放在信中挂号寄来。

《光谱实验室》编辑部

2006 年 5 月 25 日

电话: (010)62452937, 电邮: gpsys@263.net; gpsys81@citiz.net; gpsysh@public.sti.ac.cn.

联系地址: 北京市 81 信箱 66 分箱《光谱实验室》编辑部联络处 刘建林, 邮编: 100095.