

微波消解-原子吸收光谱法测定桑叶中微量元素

李茵萍^① 刘丛 张亚萍 龚爱瑾

(新疆师范大学生命与环境科学学院 乌鲁木齐市 830054)

摘要 用微波消解及火焰原子吸收法测定 5 月, 6 月, 8 月, 9 月及 10 月等 5 个时期的桑叶中 Fe, Mn, Cu, Zn, Ca 5 种元素的含量, 同时做精密度和加标回收试验, 并对其含量进行比较, 以期为临床, 药物及食用含量研究开发利用提供参考。测定结果表明, 各元素总体含量 $Ca > Fe > Mn > Zn > Cu$, 不同时期桑叶中微量元素各不相同, 9 月的桑叶中, 各元素的含量均较高。

关键词 桑叶, 微量元素, 微波消解, 原子吸收光谱法。

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2007)03-0428-04

1 前言

桑叶具有一定的药用价值, 桑叶性味苦甘寒, 是中医清热解毒之要药, 主治风热感冒, 肺热燥咳, 头晕头疼, 目赤等症^[1]。桑叶中含有丰富的蛋白质, 氨基酸, 桑叶多糖和人体所必需的微量元素, 可供食用, 具有降血压, 降血糖, 抗菌和抗病毒, 抑制癌症等药理作用^[2]。目前关于桑叶中氨基酸, 桑叶多糖及多种人体必需的微量元素含量的测定已见报道^[3], 对微量元素的测定只作了对 K, Ca, Na, Mg, Mn, Fe, Cu, Zn, Cr, Pb 的测定^[4-6], 但对不同时期桑叶中微量元素含量的比较未见报道。因此, 研究不同时期桑叶中微量元素的含量的比较对充分利用桑叶这一资源具有重大意义^[7], 对人们合理利用桑叶提供实验依据。

2 实验部分

2.1 仪器和试剂

Z-2000 原子吸收分光光谱仪(日本日立公司); WX-3000 微波消解仪(上海屹尧公司); All basic 微型植物粉碎机(德国 IKA 公司); AL204 分析天平(瑞士梅特勒公司); DZF-6030A 型真空干燥箱(上海-恒科技有限公司)。实验中用 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 H_2O_2 为优级纯, 测定和分析用水为纯水。

Fe, Mn, Cu, Zn, Ca 空心阴极灯

2.2 标准储备液的制备

将二氧化锰, 碳酸钙, 无水硫酸铜, 硫酸高铁铵置于 $105^\circ C$ 烘箱中干燥至恒重, 置于干燥器中备用。

(1) 用差量法准确称量 0.7912g 二氧化锰(光谱纯)于烧杯中, 加入 2.5mL 浓 HCl, 再加几滴双氧水, 完全溶解后加入 2.5mL HCl, 用超纯水定容于 500mL 容量瓶中。即配得锰标准储备液。

① 联系人, 电话: (0991) 8424711; E-mail: lyp0323@sohu.com

作者简介: 李茵萍(1973—), 女, 乌鲁木齐市人, 实验师, 主要从事有机化学及仪器分析。

收稿日期: 2006-12-14; 接受日期: 2007-01-26

(2) 用差量法准确称量 1.2485g CaCO_3 (优级纯) 于烧杯中, 加入 10mL 水, 再加盐酸(1+1) 至溶解, 加入 5mL HCl 煮沸直到 CO_2 完全除去, 冷却后用超纯水定容于 500mL 容量瓶中, 即配得钙标准储备液。

(3) 用差量法准确称量 0.5g 锌(纯度为 99.99%), 加入 15 到 20mL HCl(1+1) 后, 加热煮沸至锌完全溶解, 冷却后用超纯水定容于 500mL 容量瓶中, 配得锌标准储备液。

(4) 用差量法准确称量 1.9641g 无水硫酸铜(分析纯) 于烧杯中, 加水至完全溶解, 再加几滴硫酸(1+1), 用超纯水定容于 500mL 容量瓶中, 即配得铜标准储备液。

(5) 用差量法准确称量 4.3152g 硫酸高铁铵(优级纯) 于烧杯中, 加水至完全溶解, 再加 2.5mL H_2SO_4 (1+1), 用超纯水定容于 500mL 容量瓶中, 即配得铁标准储备液。

2.3 仪器工作条件

经实验拟订各待测元素测定的仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	光谱通带 (nm)	灯电流 (mA)	负高压 (V)	空气/乙炔流量 (L/min)	燃烧头高度 (mm)
Fe	248.3	0.2	12.5	400	2.4/15	7.5
Mn	279.5	0.4	7.5	321	2.4/15	7.5
Cu	324.8	1.3	7.5	330	2.4/15	7.5
Zn	213.9	1.3	5.0	360	2.4/15	7.5
Ca	427.7	1.3	7.5	301	2.4/15	7.5

2.4 实验方法

2.4.1 样品采集与处理

采集的样品是生长在同一种土壤中, 分别采集 5 月, 6 月, 8 月, 9 月及 10 月的桑叶, 用蒸馏水洗净, 再用超纯水清洗, 置于 80℃ 的烘箱中烘干后至恒重, 磨碎过 60 目筛子, 置于烘箱中烘干至恒重, 放于干燥器中。

2.4.2 样品的消化

微波消化其工作条件如表 2 所示, 第一步完成后隔 5min 再运行下一步。

表 2 微波消解条件

步骤	温度 (°C)	压强 ($1.013 \times 10^5 \text{Pa}$)	时间 (min)	功率 (W)
1	150	10	8	800
2	180	15	10	800

在此条件下, 样品消解完全, 并在

此条件下对酸的配比进行改变, 得出 $\text{HNO}_3 : \text{HCl} : \text{H}_2\text{O}_2 = 3 : 3 : 2$ 为最佳比例。因此本实验采用称取 0.2g 样品各月份的桑叶, 分别加混酸 6mL ($\text{HNO}_3 : \text{HCl} = 1 : 1$) 置于微波消解罐中按单程运行条件进行消解, 消解后加入 2mL H_2O_2 , 并定容于 50mL 容量瓶中。

3 结果与讨论

3.1 校准曲线的绘制

校准曲线的绘制按表 3 浓度进行配制。

表 3 校准曲线的绘制

元素	浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)						回归方程	相关系数	最低检出线
Ca	0	2	4	8	16	32	$y = 0.00955 + 0.0261x$	$r = 0.9979$	0.005 $\mu\text{g}/\text{mL}$
Fe	0	0.5	1.0	2.0	4.0	6.0	$y = -0.00576 + 0.03478x$	$r = 0.9986$	0.005 $\mu\text{g}/\text{mL}$
Zn	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	$y = 0.00073 + 0.2184x$	$r = 0.9999$	0.001 $\mu\text{g}/\text{mL}$
Cu	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	$y = -0.00334 + 0.09414x$	$r = 0.9978$	0.001 $\mu\text{g}/\text{mL}$
Mn	0	0.1	0.2	0.4	0.8	1.6	$y = -0.0035 + 0.09414x$	$r = 0.9995$	0.001 $\mu\text{g}/\text{mL}$

3.2 测定元素的含量

根据校准曲线测定不同月份中桑叶中各元素的含量如表 4 所示。

3.3 精密度实验

对 5 个样平行测定 6 次, 计算其相对偏差均小于 5%, 其值如表 5。

3.4 加标回收实验

以 5 月份为例, 采用标准加入法测定各元素的回收率, 如表 6 所示, 回收率均在 97.73%—103.7% 以内, 相对标准偏差 RSD < 5%。

3.5 讨论

(1) 在微波消解时, 一定要注意酸的配比, 温度压强的控制, 否则消解不完全。

(2) 在进行加标回收试验时, 一定要注意用同等条件的消解液进行比较, 否则回收率偏差较大。

(3) 通过对不同时期各元素含量的测定比较, 由表 4 可看出, 由于 9 月份桑树的生理机能比较强, 吸收能力强, 所以, 9 月份的桑叶中各元素的含量均高于其他各月。各元素中钙含量最高。

(4) 通过精密度试验和加标回收试验证明方法准确, 回收率在 97.73%—103.7% 之间, 相对偏差均小于 5%, 结果满意。

(5) 锌, 锰, 铜是人体中重要的辅酶因子, 对细胞分裂, 核酸及脂肪代谢起重要作用, 缺乏这三种元素将导致生育和生殖机能下降, 中枢神经几感觉障碍。铁是组成血红蛋白, 细胞色素, 铁硫蛋白的必需元素, 而桑叶中这几种元素的含量都较高, 值得人们开发和利用这一资源。

参考文献

- [1] 陈惠坚. 微量元素与中医功效[J]. 中国医院药学杂志, 1996, 11(6): 168—296.
- [2] 罗炳耀. 中药微量元素的作用[J]. 中药材, 1990, 13(2): 43.
- [3] 易新萍, 刘建平, 张丽静等. 新疆桑叶中矿物质元素含量的分析[J]. 新疆大学学报, 2003, 5(20): 155—157.
- [4] 龚先铃, 揭新明, 王秀季等. 麒麟菜中微量元素的测定[J]. 天津药学, 2005, 17(4): 6—8.
- [5] 范学森, 张新迎, 王彩兰等. 仓颉菊的微量元素含量与功能[J]. 微量元素与健康, 1999, 16(1): 52.
- [6] 叶毓琼, 黄仕元. 中草药中微量元素分析的样品前处理方法研究[J]. 分析试验室, 1993, 12(5): 70—72.
- [7] 陆宁, 曹得菊, 檀华蓉. 桑叶营养成分分析[J]. 食品与机械, 1998, 14(4): 39—41.

表 4 样品测试结果 ($\mu\text{g/g}$, $n=5$)

月份(月)	Ca	Fe	Zn	Cu	Mn
5	4277.9	421.47	44.5	41.25	39.34
6	7835.4	613.13	37.0	31.67	76.0
8	8794.2	530.83	34.5	24.17	82.67
9	9327.1	981.67	44.5	61.15	87.67
10	7967.5	650.83	29.5	29.27	60.17

表 5 精密度实验结果 ($n=6$, RSD%)

月份	Ca	Fe	Zn	Cu	Mn
5	0.84	0.75	0	0	0
6	0.99	0.65	3.1	2.27	0
8	1.16	0.68	0	0	0.76
9	0.83	0.38	2.55	1.9	0
10	0.74	0.76	2.88	2.37	1.07

表 6 加标样品测定结果 ($n=5$, $\mu\text{g/g}$)

元素	底含量	加标量	测得量	RSD(%)	回收率(%)
Ca	4277.9	5000	9402.9	0.98	102.5
Fe	421.47	500	939.97	0.83	103.7
Zn	41.25	50	90.52	1.12	98.54
Cu	44.5	50	94.85	1.54	100.7
Mn	39.34	50	88.205	0.55	97.73

Determination of Microelements in Mulberry Leaves by Microwave Assisted Sample Digestion-Atomic Absorption Spectrometry

LI Yin-Ping LIU Cong ZHANG Ya-Ping GONG Ai-Jing

(College of Life & Environment Sciences, Xinjiang Normal University, Urumqi 830054, P. R. China)

Abstract Trace elements in mulberry leaves in different months were determined by flame atomic emission spectrometry with digestion of microwave. Five trace elements Fe, Mn, Cu, Zn and Ca were determined separately in several different months as $Ca > Fe > Mn > Zn > Cu$ in mulberry leaves. Each trace element in September is higher than those in other months, which offers some useful information for the study of chemical medicine, pharmacy and food.

Key words Mulberry, Microelements, Microwave Digestion, AAS.

本刊论文发表的正常周期: 2—8 个月

——您的发明创造得到“优先权”荣誉的必要保障

缩短论文发表周期,是尽早实现学术论文的社会效益的前提,也是作者创造性劳动得到尊重、为其在世界上取得“优先权”荣誉的必要保障,因为发明创造的“优先权”通常是以出版时间为准的。因此,本刊在严格保证质量的条件下,把尽快发表作者的论文,视为自己的神圣职责。

来稿要符合“《光谱实验室》投稿须知”(见本刊 1994—2003 年每年第 1 期)、特别是其中第 4—7 项要求,做到“齐、清、定”(“齐”即全稿包括表、图和照片等齐全,符合本刊对稿件的各项要求;“清”即书写清楚,段落分明,便于排版和校对;“定”即做到稿件内容完整,在排校过程中无须增删修改)是保证论文质量不可缺少的条件。如果您希望论文早日发表(如 2—8 个月),请务必按“须知”写稿。

如果来稿附有同行专家评语及单位推荐信,论文还可以更快发表(0.5—2 个月)。

来稿请用 Word 或北大方正排版,用电子邮件发到本部电子信箱[E-mail: 1) gpsys@263.net; 2) gpsys81@citiz.net; 3) gpss@chinajournal.net.cn; 4) gpsys@periodicals.net.cn]。为避免某一电子信箱的服务器发生故障而延误收稿,建议作者向本刊几个信箱同时发送电子邮件,并请作者发了邮件后,打电话通知编辑部,以便及时查询;在尚未开通电子邮件业务的情况下,作者也可向本刊投稿处直接邮寄纸质稿件两份。稿件邮寄地址:北京市 81 信箱 66 分箱《光谱实验室》编辑部联络处 刘建林,100095。

本刊收到作者来稿后,都会及时(1—3 日)回信,并发出“关于收到稿件的通知”。因此,作者发送稿件后 10 日以上都没有消息,一定要及时来电查询。

一篇论文出版,常常需要反复沟通“作者→编辑部→审者→编辑部→作者”之间的联系,其中与作者的联系是最重要的一环,一旦脱节,必然中断编辑过程。因此作者来稿时,务必将联系人的详细地址、办公室和家中的电话、手机号码、传真号码和电子信箱等(通讯方式要尽可能全)告诉编辑部,以便能与您及时联系。否则,由此而耽误出版由作者自己负责。

《光谱实验室》编辑部