

微波消解 ICP-AES 法测定蒙药嘎日迪-13 中的多种微量元素

额尔登桑¹, 宝音达来², 娜仁格日乐²

1 内蒙古师范大学化学与环境科学学院, 内蒙古 呼和浩特 010022
2 内蒙古中蒙医医院, 内蒙古 呼和浩特 010022

摘 要 蒙药含有丰富的微量元素, 特别是人体必需的微量元素含量较高, 而人体有害的重金属元素含量较低。采用微波消解 ICP-AES 法同时测定了嘎日迪-13(1[#], 2[#], 3[#]) 中 Ca, Cu, Zn, Fe, Mg, Mn, Pb 等 15 种微量元素。加标回收率在 97.5%~105.5% 之间, 相对标准偏差 RSD≤2.90%, 检出限≤0.009 μg·L⁻¹。实验结果表明: 1[#], 2[#], 3[#] 具有一定的差异, 药的性味功能与微量元素之间也有一定的关系。通过蒙药中微量元素的测定, 可以控制配方的准确性及保证产品的质量。

主题词 嘎日迪-13; 微量元素; 药性; ICP-AES
中图分类号: O657.3 文献标识码: A 文章编号: 1000-0593(2006)11-2134-03

引 言

内蒙古传统蒙药是我国医学宝库的重要组成部分, 历史悠久。对许多常见病、多发病和疑难疾病具有明显的疗效, 副作用小; 同时具有综合调理作用和预防、保健、抗衰老等功效。因此引起医学界的重视, 其开发应用在国内外引起广泛的关注。蒙药的种类众多, 在配方中主要使用纯天然药材。近几年, 用人工药材代替纯天然的贵重药材, 或用其他药材代替稀缺药材等方法配制, 这在一定程度上影响了蒙药药效的性能。嘎日迪-13(别名: 扎冲十三味丸) 是众多蒙药中的一种, 它由诃子、草乌(制)、麝香和珊瑚(制)等十三味药材组成。主要用于祛风通窍、舒筋活血、镇静安神、除“协日乌素”、半身不遂、左瘫右痪、口眼歪斜、四肢麻木、腰腿不利、言语不清、筋骨疼痛、神经麻痹、风湿和关节疼痛等疾病。嘎日迪-13, 目前有三种配方(1[#], 2[#], 3[#]), 在临床上公认的药的功效为 1[#]<2[#]<3[#], 价格 1[#]<2[#]<3[#]。本文通过蒙药中微量元素含量的测定, 控制蒙药的配

方及保证产品的质量, 同时简述微量元素与药性关系。这一研究对分析蒙药中的微量元素, 对于研究蒙药的组方、药效、作用机理以及临床用药有重要的意义。

1 实验部分

1.1 实验仪器
ICPQ-1000 型高频电感耦合等离子体原子发射光谱仪(日本岛津公司); WX-3000 型微波快速消解系统(上海屹尧分析仪器有限公司); FA2004N 型电子分析天平。
1.2 试剂和标准溶液
待测元素标准溶液(1 000.0 mg·mL⁻¹)(国家环境保护总局标准样品研究所(GBS07-1257-2000), 临用时用 1% 稀酸配制成应用; 所用 HNO₃ 和 HClO₄ 都是优级纯; H₂O₂ 是分析纯; 所用水为三重蒸馏水; 内蒙古蒙药嘎日迪-13(国家蒙药制剂中心, 内蒙古中蒙医医院提供); 元素及质量浓度见表 1。

Table 1 Multi-element mixture concentrations of standard solution(μg·mL⁻¹)

元素	Ca	Cu	Fe	Mg	Zn	Mn	Cd	Sr	Cr	Al	As	Ni	Co	Ag	Pb
浓度	150	4	400	150	20	10	2	10	2	150	10	2	2	10	10

1.3 样品的处理
用玛瑙研钵研磨蒙药样品后过 0.135 mm 筛, 85℃下烘干 4 h。冷却后准确称取嘎日迪-13(1[#], 2[#], 3[#]) 各 3.000 0 g

放入干净的聚四氟乙烯消解罐中, 加入消解液 6 mL HNO₃+HClO₄(5:1), 拧紧盖子, 在压力为 2 MPa, 温度为 165℃, 火力为 7 档, 进行 8 min 消解, 消解完毕, 冷却后开

罐滴加 H₂O₂ 得到的清液移至 50 mL 容量瓶中, 用三重蒸馏水稀释至刻度待测。

1.4 测试条件

射频功率: 1.2 kW, 高频频率: 27.02 MHz, 等离子气流量: 1.5 L·min⁻¹, 载气(雾化氩气) 流量: 1.0 L·min⁻¹,

冷却气流量: 10.5 L·min⁻¹, 溶液提升量: 2.4 L·min⁻¹, 测定波长范围: 220~ 503 nm, 观察高度: 15 mm, 积分时间为 20 s, 绘制工作曲线并计算各元素的含量。

1.5 测定结果

测定结果见表 2。

Table 2 Analytical results of samples(n=4)

元素	样品 1 [#] /测定平均值/(μg·g ⁻¹)	RSD/%	样品 2 [#] /测定平均值/(μg·g ⁻¹)	RSD/%	样品 3 [#] /测定平均值/(μg·g ⁻¹)	RSD/%
Cd	2.3467	1.00	2.3600	2.90	2.1000	1.9
Cr	1.4553×10 ¹	0.80	1.5560×10 ¹	0.45	22.0667	0.92
As	4.1667	0.49	4.2567	1.40	4.2665	2.72
Zn	1.0900×10 ²	0.56	34.0000	0.75	433.6667	2.07
Mg	2.7640×10 ³	0.48	3.3833333	0.77	2.7786667	0.90
Mn	2.1470×10 ²	0.58	186.4667	0.57	173.6333	0.71
Fe	7.4867×10 ³	0.02	7.0033333	1.85	6.6700000	1.90
Cu	4.0433×10 ¹	1.60	16.4867	1.67	166.3333	0.37
Ni	3.8980	1.90	6.6867	2.36	10.2967	1.95
Ca	1.2820×10 ⁴	0.24	1.3113×10 ⁴	0.68	1.2353×10 ⁴	0.29
Al	5.3233×10 ³	0.49	5.2433×10 ³	0.63	5.1433×10 ³	0.57
Co	4.5500	1.40	4.9333	0.24	4.4367	1.06
Sr	2.1457×10 ²	0.80	2.2223×10 ²	0.56	1.9847×10 ²	0.13
Pb	3.9633×10 ¹	2.90	6.9670	2.50	6.1730	0.80
Ag	0.4600	2.76	0.6700	0.91	0.5167	1.55

* 国家蒙药制剂中心, 内蒙古中蒙医医院药房提供的被测蒙药

2 结果与讨论

2.1 分析方法的检出限及线性范围

由工作曲线得到回归方程, 检出限及线性范围见表 3。

Table 3 Detection limit and range

元素	检出限/(μg·mL ⁻¹)	线性范围/(μg·mL ⁻¹)
Cd	0.002	0.0~ 4.0(r= 0.999997)
Cu	0.008	0.0~ 4.0(r= 0.99992)
Mg	< 0.001	0.0~ 150(r= 0.999962)
Fe	0.003	0.0~ 400(r= 0.999997)
Al	0.002	0.0~ 150(r= 0.998302)
Ca	< 0.001	0.0~ 150(r= 0.976296)
Pb	0.004	0.0~ 10(r= 0.999976)
As	0.006	0.0~ 100(r= 0.999974)
Cr	0.003	0.0~ 2.0(r= 0.999953)
Zn	0.003	0.0~ 10(r= 0.999997)
Mn	0.001	0.0~ 10(r= 0.999953)
Ni	0.009	0.0~ 10(r= 0.999992)
Co	0.005	0.0~ 10(r= 0.999992)
Sr	0.001	0.0~ 10(r= 0.99993)
Ag	0.003	0.0~ 10(r= 0.999996)

2.2 分析线的选择

在所测定蒙药嘎日迪-13 样品中共存的微量金属元素较多, 含量相差较大, 实验表明: 选择 220~ 503 nm 波长范围作为分析线, 测定精度好, 互相干扰小。

2.3 共存元素的干扰

蒙药嘎日迪-13 中 Fe, Ca, Al, Zn, Cu, Mg, Mn 和 Sr 等元素的含量甚高, 试验了 15 个元素的干扰情况, 并由实验求出干扰系数。实验结果表明: 除 Al 对 Cd 干扰系数为 0.00006, Fe 对 Cd, Ni, Co 和 Mn 的干扰系数分别为 0.0003, 0.000015, 0.0011 和 0.0004, Ca 对 Cr 的干扰系数为 0.00005, 其他的干扰系数极小, 实际上对分析结果无影响, 上述干扰可由干扰系数法由仪器计算机自动扣除。

2.4 加标回收实验

对三种样品中 15 个元素分别做加标回收实验, 结果见表 4。

Table 4 The result of recoveries

元素	试样含量/(μg·g ⁻¹)	加标量/(μg·g ⁻¹)	回收值/(μg·g ⁻¹)	平均回收率/%
Cd	0.0175	0.2000	0.2269	104.7
Cr	0.6026	0.2000	0.8226	98.3
As	1.0930	1.0000	2.1450	105.2
Zn	2.8890	1.0000	3.8870	99.8
Mg	5.1200	15.000	20.040	99.6
Mn	0.3743	2.0000	2.4350	103.0
Fe	21.800	40.000	73.290	103.7
Cu	38.350	0.4000	38.704	97.5
Ni	0.0298	0.2000	0.2409	105.1
Ca	22.350	15.000	37.500	101.0
Al	106.40	15.000	122.20	105.3
Co	0.0109	0.2000	0.2219	105.5
Sr	0.2019	1.0000	1.3020	105.0
Pb	6.1730	1.0000	7.1836	101.1
Ag	0.5147	1.0000	1.5345	102.0

3 分析结果

从样品分析结果可以看出: Fe, Ca, Al, Zn, Cu, Mg, Mn 和 Sr 等元素的含量相对都很高。Fe 和 Cu 及其配合物具有明显的抗菌消炎作用^[1]; 从生理方面看, Zn, Ca 和 Mg 等具有重要意义, Mg 被称为“人体健康催化剂”^[1]; Zn 与人体内多种酶的活动有关, 缺 Zn 人体的免疫力下降; 在临床应用上看: Zn, Cu 和 Mg 为人体必须微量元素, 其中 Zn 参与细胞的所有代谢过程, 可参与酶的合成及其活性的发挥, 促进生长发育, 可提高免疫功能, 对血细胞有一定的作用^[2], 还可以参与抗衰老抗癌肿被誉为“生命的火花”^[3]; 蒙药嘎日迪-13 中 Mn 含量均较高, Mn 不但参与蛋白质的合成, 还参与遗传信息的传递及甲状腺和性腺的分泌, 缺 Mn 时可发生输精管退行性变, 精子减少, 性周期紊乱以至不育, 研究还发现 Mn 与衰老有密切关系; Mn 是超氧化物歧化酶的主要组成部分, 该酶对机体起保护作用, 能增强生物的活力减缓衰老的发生, 使人长寿。而 Ni 和 Co 等微量元素都对人体有着十分重要的作用^[3]; Ca 对细胞功能的维持, 酶的活性及激

素分泌等都有重要作用^[4]; Cu 元素对 Fe 代谢及造血功能有影响, 蒙药嘎日迪-13 中铜含量较高, 这与它们的活血养颜及治疗心脑血管疾病的功能相符^[5]。

从样品分析结果可以看出: 蒙药嘎日迪-13 中含有丰富的对人体有益的微量元素, 而对人体有害的 Cd, Pb 和 Ag 等重金属元素的含量较低, 都低于国家限定值^[6]。这符合临床用药的要求; 这个结论与蒙药的不仅治病, 而且具有综合调理、预防、保健和抗衰老等功效相吻合。蒙药产品中对人体有害重金属的来源途径大致分为两种, 一种是由原料药材带入。自然界大环境的破坏及污染, 造成植物类药及动物类药的污染。第二种是在蒙药药材的采集、加工过程中的偶然污染。此外某些蒙药中重金属的主要来源为以治疗为目的、在处方中加入重金属的矿物药。这样蒙药中重金属含量出现超标现象, 而且影响了蒙药产品的质量。通过蒙药中微量元素含量的测定, 可以控制药方和保证产品的质量。样品中其他元素的含量与临床应用疗效之间的关系有待进一步研究。这一研究为蒙药药效的进一步研究和利用开发提供新的科学依据。从这里可以看出, 本文的工作对医药方面是有一定的实用价值。类似的工作还可参阅文献[7]。

参 考 文 献

- [1] FAN Xue-sen, ZHANG Ying-xin, WANG Cai-lan, et al(范学森, 张迎新, 王彩兰, 等). Studies of Trace Elements and Health(微量元素与健康研究), 1999, 16(1): 51.
- [2] FU Yong-huai(傅永怀). Trace Element and Clinical Remedies(微量元素与临床). Beijing: Chinese Medical and Pharmaceutic Science Press(北京: 中国医药科技出版社), 1997.
- [3] FU Chuan, QI Jun-sheng(付川, 祁俊生). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2003, 23(3): 617.
- [4] E Er-deng-sang, WU-Di, NA Ren-ge-rile, et al(额尔登桑, 乌地, 娜仁格日乐, 等). Chemical World(化学世界), 2004, 45(11): 615.
- [5] LI Wen-jun, WANG Ya-fang, HE Hong-yuan, et al(李文君, 王雅芳, 何洪源, 等). Journal of Chinese People's Public Security University(Natural Science Edition)(公安大学学报·自然科学版), 2003, 34(2): 31.
- [6] ZHANG Li-juan, GU Xue-xin, ZHOU Yong-yi(张丽娟, 谷学新, 周勇义). Journal of Capital Normal University(Natural Science Edition)(首都师范大学学报·自然科学版), 2004, 25(1): 34.
- [7] LIU Ying, LI Jing-feng, GA Ri-di, et al(刘颖, 李景峰, 嘎日迪, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2006, 26(2): 344.

Determination of Trace Elements in Mongolian Medicine Gardi-13 by ICP-AES with Microwave Digestion

E Er-deng-sang¹, BAO Yin-da-lai², NA Ren-ge-rile²

1. Chemistry and Environment Science College of Inner Mongolia Normal University, Hohhot 010022, China

2. The Chinese and Mongolian Hospital of Inner Mongolia, Huhhot 010022, China

Abstract In the study of Mongolian medicine the authors found that the Mongolian medicine contains large amount trace elements, and is particularly rich in human body-needed trace elements, but heavy metals are very little. A method for the determination of Ca, Cu, Zn, Fe, Mg, Mn and Pb in Mongolian medicine Gardi-13(1[#], 2[#], 3[#]) by ICP-AES with microwave digestion was studied. The recoveries of standard addition are in the range of 97.5%~105.5%. The relative standard deviation is ≤ 2.90 , and the detection limit is smaller than $\leq 0.009 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$. The results show that 1[#], 2[#] and 3[#] are some different, and the smell and function have some relation with trace elements. The authors can control the accuracy of preparation dosage and guarantee the quality of products by determining the trace elements.

Keywords Gardi-13; Trace elements; Character of medicine; ICP-AES

(Received Aug. 30, 2005; accepted Dec. 6, 2005)