Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory

Vol. 25, No. 4 July . 2 0 0 8

獐牙菜中6种金属元素的 火焰原子吸收光谱法分析

寇自农① 朱靖博

(大连工业大学分析测试中心 辽宁省大连市甘井子区轻工院 1号 116034)

摘 要 样品经干燥粉碎, 以硝酸-高氯酸混合液进行消化处理后, 用火焰原子吸收光谱法首次分析 了滇獐牙菜(S. vunnanensis)、川东獐牙菜(S. davidii) 中的 Ca、Mg、Cu、Fe、Mn、Zn, 加标回收率在91.17% — 104.5%之间,相对标准偏差(RSD)小于 3.7%,该法简单、快速、准确.结果令人满意。

关键词 火焰原子吸收光谱法, 滇獐牙菜, 川东獐牙菜, 金属元素。

中图分类号: 0.657, 31

文献标识码: R

文章编号: 1004-8138(2008)04-0561-03

前言

龙胆科(Gentianaceae) 獐牙菜属(Swertia L.) 的部分植物是藏医常用的草药,又称藏茵陈,全世 界獐牙菜属植物约有100多种, 而我国约有79种, 主要分布在我国西南部至喜马拉雅山地区[1]。藏 **茵陈是藏药最具特色的治疗热症、肝胆病及血液病的常用药物, 许多藏药都以藏茵陈为主要原料。** 目前对獐牙菜属植物的分子生物学、有机化学成分和生理活性进行大量的研究[3]. 对其微量元素的 研究尚未见报道,而中药的药效与微量元素含量有着密切关系[3]。本文采用火焰原子吸收光谱 法具有快速、精密度好, 简便实用的优点, 为进一深入研究和合理使用这一药用植物奠定了一定的 基础。

实验部分

2.1 仪器与试剂

180-80 型原子吸收分光光度计(日本日立公司); Ca、Mg 空心阴极灯(日本日立公司) Cu、Fe、 Mn、Zn(北京光学仪器厂), DB-3型不锈钢电热板(江苏省金坛环宇科学仪器厂); BS210S 电子天平 (北京赛多利斯天平有限公司)。

HNO3(优级纯)、HClO4(优级纯)、氯化锶(分析纯); 6种元素标准溶液: Ca、Mg、Cu、Fe、Mn、Zn 为 1000μg/mL(用光谱纯或优级纯试剂按国家标准 GB/T 配制); 实验用水为去离子水。

样品: 滇獐牙菜(S. γ unnanensis)、川东獐牙菜(S. d wid \ddot{u}) 采自云南和四川两地区, 由成都药源 有限责任公司采收并鉴定。上述两种样品置于烘箱中60℃下干燥3h,用植物粉碎机粉碎.过80目 筛,置广口瓶中备用。

① 联系人, 电话: (0411) 86323691 转 113; (0411) 87875856; E-mail: kznkou@ sina.com

作者简介: 寇自农(1961一), 女, 陕西省蓝田县人, 工程师, 主要从事食品微量元素分析与研究工作。

收稿目期30072121141转常日期2008-011-03 ournal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.c

2.2 实验方法

2 2 1 消解酚的选择

称取 0. 5g 植物样品,分别用 HCl、HNO3、HNO3+ HClO4(4+1)进行消解试验,选择消解完全目消解时间短的消解液作为样品处理消解液。

222 样品分析

准确称取 1.0000g 样品于 125mL 三角瓶中, 加入 20mL HNO3+ HClO4(4+1) 混合酸, 浸泡 30min 后, 加盖小漏斗, 放置电热板上加热消解, 在加热过程中样品溶液由深综红色-综红色-浅综红色-淡黄色-无色清亮或略带淡黄色, 继续加热赶去旋浮于瓶内的高氯酸, 直到溶液剩余 3—5mL, 取下冷却, 加 5mL HNO3(2mol/L)溶解样品, 转移于 50mL 容量瓶中, 用去离子水少量多次冲洗三角瓶和小漏斗, 洗液合并于容量瓶中并定容至刻度, 混匀后进行分析, 同时作空白。

2.2.3 仪器分析参数

6种金属元素的火焰-原子吸收分析工作参数见表 1。

二丰	波长	灯电流	光谱通带	燃烧头高度	乙炔气流量	空气流量
元素	(nm)	(mA)	(nm)	(mm)	(L • min- 1)	(L • m in- 1)
Ca	422. 7	7. 5	2. 6	10. 0	2. 3	9. 4
М д	285. 2	7. 5	2. 6	7.5	2. 0	9. 4
Cu	324. 8	7. 5	1. 3	7. 5	2. 3	9. 4
Fe	248. 3	10.0	0.4	7. 5	2. 3	9. 4
Mn	279.5	7. 5	0.4	7. 5	2. 3	9. 4
Zn	213.8	10.0	1. 3	7. 5	2. 0	9. 4

表 1 仪器工作参数

2.2.4 校准曲线

将 $1000\mu g/mL$ 的钙标准储备液稀释至 $100\mu g/mL$ 工作液,移取此工作液 $0.00 \times 1.00 \times 3.00 \times 5.00 \times 7.00 mL$ 置于 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL HNO $_3(2 mol/L) \times 6.08\%$ SrCb 2 mL,用去离子水定容,摇匀。钙、镁系列标准溶液与钙标准溶液配法相同,铜、铁、锰、锌标准溶液除不加入 SrCl²,配制方法与其他标准系列相同。采用表 1 分析条件测定 6 种金属离子的校准曲线。

3 结果与讨论

3.1 消解酸的选择

0.5g 样品分别用 HCl、HNO₃、HNO₃+ HClO₄(4+1) 进行消解的实验结果表明, 加入 10mL HNO₃+ HClO₄(4+1) 混合酸消解完全, 消解时间短, 实验选用该混合酸处理样品。

3.2 校准曲线

采用确定的分析条件对 6 种金属元素的标准溶液进行测定, 经数据处理建立的各种元素的线性方程见表 2, 从表 2 可以看出在测定浓度的范围内, 各元素的浓度与吸光度呈良好的线性相关。

表 2 标准样品浓度、线性方程及相关系数

元素		标准	样品浓度(μg	/ mL)		线性方程	相关系数
Cu	0.00	0.50	1.00	1.50	2. 00	A = 0.013C - 0.0002	0. 9996
Fe	0.00	2.00	4.00	6.00	8.00	A = 0.0102C + 0.0028	0. 9973
Мп	0.00	1.00	1.50	2.00	2.50	A = 0.0504C + 0.0016	0. 9993
Zn	0.00	0.40	0.60	0.80	1.00	A = 0.0599C + 0.0008	0. 9993
Ca	0.00	1.00	3.00	5. 00	7.00	A = 0.0335C + 0.0029	0. 9991
© Mg994-2() 1 00.00 III a	Academ1	C 1 (0) 140 ar .	Elegtronic	L 11978911111	g House 0.234056ghts 666 served.	0.19988/ W W W

3.3 回收率、精密度试验

取消化后滇獐牙菜样品溶液,对各金属元素用一次标准加入法进行加标回收实验,回收试验结果见表 3。6种金属元素的回收率在 91.17% —104.5% 之间, RSD 在 0.9% —3.7% 之间。

表 3 回收率、精密度试验结果					$(\mu \mathbf{g}/\mathbf{mL})$	
 元素	样品量	加入量	测定值	回收率(%)	RSD(%)	
Cu	0. 131	0. 200	0. 340	104. 5	3.7	
Fe	1.049	2. 00	3.008	98. 0	1.9	
Mn	0. 782	1. 20	1. 972	99. 2	2. 1	
Zn	0. 421	0.60	0. 988	94. 5	2. 0	
Ca	2. 272	2.00	4. 222	97.5	1.0	
М д	0. 573	0.6	1. 120	91. 17	0.9	

3.4 两种獐芽菜中6种金属元素的测定结果

按表 1 仪器工作条件下, 对样品溶液进行测定, 除钙、镁加入 SnCl2 外, 其他元素均根据浓度范围分别稀释不同倍数。两种獐芽菜中 6 种金属元素的测定结果见表 4。

4 结论

首次采用火焰原子吸收光谱法测定了滇獐牙

菜(S. yunnanensis)、川东獐牙菜(S. davidü) 中的 6

48 年 例1年12 天本	n = 5, ug/g)	菜中金属元素的含量($n=$	表 4
-----------------	-----------------	-----------------	-----

		·—\
元素	滇獐牙菜	川东獐牙菜
Cu	6. 54	4. 85
Fe	524. 90	458. 82
Mп	384. 92	367. 06
Zn	102. 67	83. 47
Ca	5694. 03	5442. 79
М д	2889. 87	2493. 39

种金属元素的含量,分析方法的 RSD< 3.7%,加标回收率为91.17%—104.5%,结果满意。样品测定结果表明,两种獐牙菜属植物中含有丰富的金属元素,尤其 Ca、Mg 含量很高,Fe、Mn、Zn 含量较高,Cu 的含量较低。从品种分析,发现滇獐牙菜微量元素的含量都略高于川东獐牙菜,这种差别表明,该品种中的金属元素受生态环境诸如海拔、土壤、环境、气候、地域的影响较大。

参考文献

- [1] 魏卫东. 资源植物藏茵陈的研究进展[J]. 四川草原, 2005, 119(10): 33-35.
- [2] 孙海群. 藏药—藏茵陈的生物学研究进展[1]. 青海大学学报, 2003, 21(3): 16—19.
- [3] 贡济宇, 许天阳, 于澎等. 中药微量元素的研究[,]]. 微量元素与健康研究, 2002, 19(4): 68-70.
- [4] 郭亚东. 火焰原子吸收光谱法测定阳春砂仁中铜、锌、锰和铁[J]. 光谱实验室, 2006, 23(3): 461—462.
- [5] 沈晓芳, 王艳琴, 张勇等. 火焰原子吸收光谱法测定菘蓝不同部位的金属元素[J]. 光谱实验室, 2005, 22(1): 80—82.

Determination of Six Metal Elements in Swertia L by FAAS

KOU Zi-Nong ZHU Jing-Bo

(A nalysis and Test Center, Dalian Polytechnic University, Dalian, Liaoning 116034, P. R. China)

Abstract The Swertia L. samples were digested by mixtures solution of HNO³ and HClO⁴. The metal elements of Ca, Mg, Cu, Fe, Mn and Zn were determined in S. yunnanensis and S. davidü by flame atomic absorption spectrophotometer. The recoveries is in the range of 91. 17%—104.5% and the RSD is less than 3.7%. The method is simple, fast and accurate with satisfactory results.

China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.c