

FAAS 法测定地石榴中 12 种金属元素^①

林 敏^② 吴冬青 安红纲

(河西学院化学系西部资源环境化学重点实验室 甘肃省张掖市 734000)

摘 要 采用浓硝酸:高氯酸(4+1)常压微沸条件下消解地石榴样品,应用火焰原子吸收光谱法测定了地石榴中的金属元素 Na、K、Mg、Ca、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Mn、Cd、Pb 含量,研究了测定不同元素的仪器最佳工作条件、方法的准确性和精密性。结果表明,地石榴中 Na、K、Mg、Ca、Fe、Cu、Zn、Mn、Cd 含量分别为 33.88, 3444.54, 328.54, 1924.76, 56.65, 1.88, 2.97, 1.59, 2.99 mg · 100g⁻¹, Co、Ni、Pb 未检出。方法的加标回收率为 98.16%—103.6%, 相对标准偏差($n=9$) 为 0.21%—2.22%。测定方法简单易行,方便快捷,结果令人满意。

关键词 火焰原子吸收光谱法, 地石榴, 微量元素。

中图分类号: O657.31

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2008)02-0155-03

1 前言

现代医学已证明,微量元素对人体健康、生长发育和防病治病有密切关系^[1]。生物无机化学在分子水平上已经或正在揭示微量元素在人体内的作用机制^[2]。目前人们已经注意到中药材的药效与所含微量元素有关^[3],而微量元素含量的测定又为阐明中药的作用机理提供了一定的信息和基础^[4]。因此,探寻测定中药材微量元素含量的可靠方法,提供准确的微量元素含量数据,具有一定的理论和实际应用价值。

地石榴(*Melastoma dodecandrum* Lour)为野牡丹科野牡丹属植物,又名铺地锦、蜜罐子、地落子、地捻果,多年生披散状或葡伏状小灌木^[5]。根及全株入药,有解毒、消肿、祛瘀利湿之效^[4]。服用与敷贴对肠炎、痢疾、外伤出血、蛇咬中毒均有一定疗效。民间有谚语:地惹鬼点灯、痔疮绕你行。但其金属元素含量的研究很少报道,我们用火焰原子吸收光谱法测定了地石榴中 Na、K、Mg、Ca、Cu、Zn、Fe、Mn、Co、Ni、Cd、Pb 等 12 种金属元素含量,并对样品处理方法、仪器工作条件等因素进行研究。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

AA320CRT 原子吸收分光光度计(上海分析仪器厂),配置微机数据采集及处理系统;K282A 型真空干燥箱(上海实验仪器总厂);JW21 型固体样品粉碎机(江苏常州国华有限公司);M22 型标准口常量有机制备仪(北京玻璃仪器总厂);电热套、分样筛等。

① 基金项目: (甘肃省教育厅资助项目(编号 0509-02), 西部资源环境化学重点实验室科研资助项目(编号 xz0603))

② 联系人, E-mail: yangcf1@163.com

作者简介: 林敏(1967—), 女, 甘肃省张掖市人, 副教授, 主要从事基础化学教学工作, 研究方向: 天然产物有效成分提取与分析。

收稿日期: 2007-05-22; 接受日期: 2007-11-19

HCl, HNO₃, HClO₄ 均为优级纯, 标准溶液由对应的基准金属或相应的基准试剂配制, 按标准溶液配制方法配成待测成分含量为1.0000mg • mL⁻¹的储备液, 测定时稀释至所需浓度。测定介质为4% HNO₃。实验用水为3次蒸馏水, 所用玻璃仪器均依次经铬酸洗液、自来水、3次蒸馏水清洗, 4% HNO₃ 浸泡过夜备用。

2.2 原料及处理方法

将采自四川的野生新鲜地石榴(经河西学院生物系张勇教授鉴定)用自来水洗去表面沙土, 置通风阴凉处自然风干, 置于50—60℃真空干燥箱中干燥12h, 粉碎后过60目筛备用。

称取上述地石榴粉1.0002g 3份, 分别置于洁净的250mL 玻璃三角烧瓶, 加入一定量(4+ 1) HNO₃ : HClO₄ 混酸消化至完全, 蒸发至近干, 然后用一定浓度HNO₃ 溶解消化产物并定容于250mL 容量瓶中备用。

3 结果与讨论

3.1 仪器工作条件

详细考查了12种待测元素的仪器工作条件, 并分别进行了优化选择, 最佳工作条件如表1。

表 1 仪器最佳工作条件

元素	波长 (nm)	灯电流 (mA)	光谱通带 (nm)	乙炔流量 (L • min ⁻¹)	空气流量 (L • min ⁻¹)	PMT 电压 (V)	燃烧器高度 (mm)
Na	589.59	4	0.2	5.0	0.8—1.02	- 281	6, 偏转 90°
K	766.48	4	1.4	5.0	0.8—1.02	- 272	6, 偏转 90°
Mg	285.21	4	0.7	5.0	0.9—1.12	- 262	6 偏转 80°
Ca	422.67	6	0.7	5.52	0.9—1.12	- 253	7
Fe	248.33	12	0.2	5.5	0.9	- 407	6
Co	240.73	10	0.7	5.5	0.8—1.02	- 310	6
Ni	232.00	10	0.2	5.0	0.8—1.02	- 406	6
Cu	324.8	4	0.7	5.5	1.08	- 271	6
Zn	213.86	6	0.7	5.5	1.0	- 328	6
Mn	279.48	10	0.2	5.5	0.9	- 322	6
Cd	228.80	8	0.7	5.5	0.92	- 363	5
Pb	283.31	4	0.4	5.5	0.9	- 292	5

3.2 分析参数

分别移取不同量的金属离子标准溶液按实验方法进行测定, 线性回归方程见表2。在确定的浓度范围内, 各元素浓度与吸光度均呈良好的线性关系。

表 2 标准溶液浓度 线性回归方程及相关系数

元素	标准溶液浓度(μg • mL ⁻¹)	线性回归方程	相关系数
Na	10.0, 20.0, 30.0, 40.0,	A = 0.0105C+ 0.026	1.000
K	4.0, 6.0, 8.0, 10.0, 12.0	A = 0.0097C- 0.003	0.9997
Mg	40.0, 60.0, 80.0, 100.0	A = 0.0112C+ 0.199	0.9998
Ca	20.0, 40.0, 60.0, 80.0, 100.0	A = 0.0064C- 0.013	1.000
Fe	2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0	A = 0.0164C+ 0.0061	0.9980
Co	0.1, 0.3, 0.5, 0.7,	A = 0.1265C+ 0.0012	1.0000
Ni	0.1, 0.2, 0.3, 0.4,	A = 0.0500C+ 0.0110	1.000
Cu	0.2, 0.4, 0.6, 0.8	A = 0.0750C- 0.003	0.999
Zn	0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0	A = 0.1880C- 0.004	1.000
Mn	0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 0.9	A = 0.1790C+ 0.0020	0.9999
Cd	0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5	A = 0.4930C+ 0.007	0.9998
Pb	0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5	A = 0.0235C- 0.0036	0.9980

3.3 金属元素含量测定结果

地石榴中金属元素含量测定结果见表 3。

表 3 金属元素含量												(mg · 100g ⁻¹)
元素	Na	K	Mg	Ca	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Mn	Cd	Pb
含量	33.88	3444.54	328.54	1924.76	56.65	0.00	0.00	1.88	2.97	1.59	2.99	0.00

3.4 精密度、回收率测定结果

对每份试样平行测定 9 次, 计算测定的精密度 RSD%。采用标准加入法测定各元素的回收率, 结果表明, 各元素的回收率在 98.16%—103.6% 之间, 精密度在 0.21%—2.22% 之间, 表明测定结果准确可靠, 测定精密度符合要求, 结果见表 4。

表 4 测定方法的精密度和回收率												(μg · mL ⁻¹ , n= 9)
元素	Na	K	MgO	CaO	Fe2O3	Co	Ni	Cu	Zn	MnO	Cd	Pb
样品测定值	23.840	8.017	40.720	40.866	6.759	—	—	0.1179	0.3875	0.4440	0.3654	—
RSD(%)	0.44	0.41	0.26	0.21	1.46	—	—	2.22	0.31	1.43	1.21	—
标准加入量	10.000	2.000	20.000	20.000	3.000	0.100	0.100	0.100	0.300	0.200	0.100	0.300
加标测定值	33.832	9.987	60.810	61.321	9.910	0.1036	0.1009	0.2171	0.6969	0.6569	0.4550	0.311
回收率(%)	99.98	99.7	100.2	100.7	101.5	103.6	100.9	99.8	101.4	102.0	98.16	102.2

4 结论

本文建立的经硝酸-高氯酸混酸消化, 火焰原子吸收法测定地石榴中金属元素的方法, 具有准确度高, 选择性好, 多元素同时测定无干扰等特点。该方法所用仪器设备简单、操作步骤简便, 加标回收率在 98.16%—103.6%。RSD 在 0.21%—2.22% 之间, 方法简便可行。

参考文献

[1] 迟锡增. 微量元素与人体健康[M]. 北京: 化学工业出版社, 1997. 751.
[2] 郭德威. 生物无机化学概要[M]. 天津: 天津科学技术出版社, 1990. 1121.
[3] 汪学昭, 于雁灵, 陈瑶等. 不同产地积雪草中的微量元素比较研究[J]. 广东微量元素科学, 2000, 7(1): 411.
[4] 齐艳华, 苏格尔. 锁阳的研究进展[J]. 中草药, 2000, 31(2): 1461.
[5] 中国科学院兰州沙漠研究所. 中国沙漠植物志·第二卷[M]. 北京: 科学出版社, 1987. 14071.
[6] 黄森科. 微波溶样原子吸收法测定鲍鱼中 Cu, Zn, Fe 和 Mn 的含量[J]. 光谱学与光谱分析, 2003, 23(6): 1194.

Determination of 12 Metal Elements in *Melastoma Dodecandrum Lour* by Flame Atomic Absorption Spectrophotometry(FAAS)

LIN Min WU Dong-Qing AN Hong-Gang
(Department of Chemistry, Key Laboratory of Resources and Environment Chemistry of West Chain, Zhangye, Gansu 734000, P. R. China)

Abstract The amounts of Na, K, Mg, Ca, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Mn, Cd, Pb in *Melastoma dodecandrum lour* were determined by FAAS after digestion with HNO₃: HClO₄(4+ 1) at 90℃—95℃ and at normal pressure. The parameters in FAAS were studied. The analytical results of Na, K, Mg, Ca, Fe, Cu, Zn, Mn, Cd were 33.88, 3444.54, 328.54, 1924.76, 56.65, 1.88, 2.97, 1.59, 2.99mg · 100g⁻¹ respectively, and Co, Ni, Pb were not found in the samples. The recovery of standard addition is 98.16%—103.6% with the relative standard deviation(n= 9) of 0.21%—2.22%. The method is fast, simple and convenient. The results are satisfactory.

Key words FAAS, *Melastoma Dodecandrum Lour*, Trace Element.