

# ICP-AES 测定黔产天麻中微量元素

李翠芹 陈桐<sup>a</sup>

(贵州大学化学工程学院 贵阳市蔡家关校区 550003)

<sup>a</sup>(贵州大学资源与环境学院 贵阳市蔡家关校区 550003)

**摘 要** 用干法灰化, 电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES)测定黔产野生和栽培天麻中人体必须微量元素的含量, 实验证明, 用干法灰化黔产野生和栽培天麻, 样品消解完全, 可以满足 ICP-AES 的检测要求, 在选定的最佳条件下用 ICP-AES 检测各元素回收率在 82%—99.5% 之间, 检出限为 5—12 ng · mL<sup>-1</sup>, 该方法的相对标准偏差小于 3.2%。为天麻中微量元素的测定提出了一个准确可行的方法, 并为黔产野生及栽培天麻的开发提供可靠的依据。

**关键词** 干法灰化, 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 天麻, 微量元素。

中图分类号: O657.31 文献标识码: A 文章编号: 1004-8138(2007)04-0570-04

## 1 引言

天麻为兰科多年生寄生植物, 药用其干燥块根, 是我国贵重中药, 主产于云南、四川及贵州等地。早在 2000 年前《神农本草经》就记载了天麻的功效, 以后《名医别录》《植物名实图考》均有记载, 天麻具有平肝息风止痉之功效。主要用于治疗头痛眩晕、肢体麻木、小儿惊风、破伤风等。近年来的研究发现天麻还具有增智、健脑、延缓衰老的作用, 对老年性痴呆症有一定的疗效<sup>[1]</sup>, 天麻的提取物现已被加工成天麻注射液、天麻胶囊等产品, 天麻越来越受到人们的关注。

中药作用的物质基础主要包括两部分, 一是活性分子, 二是微量元素。活性分子和微量元素在人体内起着互相协调、互相制约的作用, 并参与体内各种生化反应, 促进机体的自身调节, 趋于新的阴阳平衡, 从而达到治疗的目的<sup>[2]</sup>。因此, 测定天麻中微量元素以研究其药理作用和机制具有重要的意义。

对于天麻中天麻素的含量研究较多, 而用 ICP-AES 测定天麻中的微量元素含量还没有报道过。天麻中含有大量人体必需的微量元素。天麻中微量元素的测定, 一般采用消解后原子吸收光谱法测定<sup>[3]</sup>。李青、赵冰清等用原子吸收分光光度计测定过天麻中的微量元素<sup>[4]</sup>。

ICP-AES 测定植物中的微量元素的含量已有大量报道, 它因具有灵敏度高, 且能多元素同时分析等特点, 被广泛应用于许多研究和应用领域中。本文采用干法灰化法消解样品, ICP-AES 同时测定野生和栽培天麻中的中的铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、钼等人体必须的 8 种微量元素, 其检出限为 5—12 ng · mL<sup>-1</sup>, 各元素回收率在 82.0%—99.5% 之间, 该方法的相对标准偏差小于 3.2%。

联系人, 手机: (0)13638519972; E-mail: licuiqin2345@163.com

作者简介: 李翠芹(1977—), 女, 贵阳市人, 硕士, 讲师, 现从事化学分析与研究工作。

收稿日期: 2007-02-26; 接受日期: 2007-03-19

## 2 实验部分

### 2.1 仪器和工作条件

JY-38S 电感耦合等离子体发射光谱仪(法国 JY 公司): 焦距: 1m, 光栅刻数: 4320 条·mm<sup>-1</sup>, 波长范围: 170—500nm, RF 发生器频率为 40.68MHz, 进样装置为同心雾化器。

为了便于进行多种元素的同时测定, 通过优化实验选择了如下工作条件, 见表 1。

表 1 ICP-AES 的工作条件

参数	设定值	参数	设定值
RF 功率(W)	1100	冷却气(Ar)流量(L·min <sup>-1</sup> )	12
进样速率(mL·min <sup>-1</sup> )	5.0	观察高度(mm)	14
载气(Ar)流量(L·min <sup>-1</sup> )	0.18	入射及出射狭缝宽度(mm)	入射 20, 出射 30
辅助气(Ar)流量(L·min <sup>-1</sup> )	1.2		

### 2.2 主要试剂和标准溶液系列

HNO<sub>3</sub> 为分析纯。各元素的标准储备液均采用光谱纯金属或氧化物单独配制而成, 其质量浓度为 1mg·mL<sup>-1</sup>, 用稀酸稀释成一定程度的工作液。玻璃仪器均经 10% 硝酸浸泡过夜, 用蒸馏水清洗。实验用水为二次蒸馏水。

### 2.3 样品

天麻购于贵阳市农资开发有限公司。

### 2.4 实验方法

#### 2.4.1 样品预处理

将天麻放在烘箱中, 于 80℃ 干燥 4h 到烘干, 用研钵研细 40 目筛分。制得的天麻粉存放于广口瓶中备用。

#### 2.4.2 样品消化

干灰化法: 称取约 5g 天麻粉样品置于瓷坩埚中, 先在电热板上缓慢加热至无烟溢出, 然后将坩埚放入马弗炉中在 650℃ 下加热 4h。用 2mL 的硝酸溶解样品灰分, 转移至 50mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度<sup>[5]</sup>。

## 3 结果与讨论<sup>[6]</sup>

### 3.1 测定结果

表 2 黔产野生及栽培天麻微量元素分析结果

元素	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Mo
栽培天麻	0.24	21.55	62.28	0.23	0.11	0.12	17.74	0.72
RSD(% , n=5)	2.1	1.6	0.47	2.5	1.7	3.2	2.8	0.85
野生天麻	0.18	8.26	56.27	0.07	0.14	—	12.16	0.38
RSD(% , n=5)	1.5	1.4	0.53	2.1	1.8	—	2.8	0.7

由表 2 知栽培天麻中含有人体中必须的人体必须的 8 种微量元素, 野生天麻中含有 7 种人体必须的微量元素, 其中, Fe、Mn、Zn 的含量最高, 除镍外, 栽培天麻中微量元素的含量均比野生天麻高。

### 3.2 分析波长及检出限

通过谱线扫描选择最佳分析波长, 在最佳分析波长下, 用空白溶液重复测定 5 次, 取 3 倍标准

偏差所对应的浓度为各元素的检出限(见表 3)。

表 3 元素最佳分析波长及检出限

元素	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Mo
检测波长(mm)	205.552	257.610	259.940	228.616	216.555	324.754	213.856	202.031
检出限( $\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$ )	7	10	6	6	5	12	6	10

### 3.3 样品回收率实验

为考察方法的准确度,对栽培天麻及野生天麻做了回收实验,其结果见表 4。

表 4 栽培天麻样品回收率实验

元素	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Mo
原含量( $\mu\text{g}$ )	1.10	98.53	284.74	1.05	0.51	0.55	81.11	3.29
加标量( $\mu\text{g}$ )	2.0	100.0	300.0	2.0	1.0	1.0	100.0	5.0
测得量( $\mu\text{g}$ )	3.09	195.20	581.57	2.70	1.45	1.47	180.25	7.56
回收率(%)	99.5	96.7	95.6	82.5	94.0	92.0	99.1	85.4

从表 4 可以看出,各元素的回收率在 82.5%—99.5%,表明用 ICP-AES 测定栽培天麻中微量元素的含量的准确度是可靠的。

表 5 野生天麻样品回收率实验

元素	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Mo
原含量( $\mu\text{g}$ )	0.82	37.53	255.66	0.64	0.64	—	55.25	1.73
加标量( $\mu\text{g}$ )	1.0	100.0	300.0	1.0	1.0	5.0	100.0	5.0
测得量( $\mu\text{g}$ )	1.64	135.15	551.62	1.48	1.59	4.47	152.31	6.16
回收率(%)	82.0	97.6	98.7	84.0	95.0	89.4	97.1	88.6

从表 5 可以看出,各元素的回收率在 82.0%—98.7%,表明用 ICP-AES 法测定野生天麻中微量元素的含量的准确度是也可靠的。

### 3.4 方法精密度实验

对栽培及野生天麻样品溶液进行 5 次平行测定,栽培天麻样品溶液相对标准偏差为:0.47%—3.2%,野生天麻样品溶液相对标准偏差为:0.53%—2.8%。说明用 ICP-AES 测定天麻中微量元素的含量的精密度可信。

综合以上实验结果可知,不论从样品检出限、准确度还是从精密度方面都证明用 ICP-AES 测定天麻中微量元素的含量是可行的。检测结果同时也表明栽培天麻中含有人体中必须的人体必须的 8 种微量元素,野生天麻中含有 7 种人体必须的微量元素,除镍外,栽培天麻中微量元素的含量均比野生天麻高,这为天麻作为贵州特产的一种珍贵中草药,加大栽培力度,搞好综合开发,提高经济效益与社会效益提供了可靠的依据。

## 参考文献

- [1] 张赫名. 天麻的研究进展[J]. 中药研究与信息, 2005, 7(11): 19—22
- [2] 范小娜, 黄志勤, 程齐来等. 中药无患子中金属元素的测定[J]. 光谱实验室, 2006, 23(5): 1063—1065
- [3] 王兴文, 方波. 昭通野生和栽培天麻中微量元素及氨基酸化学成分研究[J]. 云南中医学院学报, 1994, 17(4): 1—5
- [4] 李青, 赵冰清等. 天麻微量元素测定研究[J]. 湖南中医杂志, 1998, 14(4): 58
- [5] 张卓勇, 陈杭亭, 王丹等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定东北大豆中微量元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2002, 22(4): 673—375
- [6] Gasparics T, Marín GM R, Caroli S *et al*. Determination of Trace Elements in Antarctic Krill Samples by Inductively Coupled Atomic Emission and Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry[J]. *Microchemical Journal*, 2000, 67(1-3): 279—284

## Determination of Trace Elements in Gastrodia Elata by ICP-AES

LI CuiQin CHEN Tong<sup>a</sup>

(College of Chemical Engineering, Guizhou University, Guiyang 550003, P. R. China)

<sup>a</sup>(College of Resource and Environmental Engineering, Guizhou University, Guiyang 550003, P. R. China)

**Abstract** The trace elements in gastrodia elata in Guizhou were determined by ICP-AES under the optimal conditions. Recoveries are in the range of 82.0%—99.5%, the detection limits are in the range of 5—12 ng · mL<sup>-1</sup>, and the RSD's are less than 3.2%. The method is sensitive and accurate.

**Key words** Dry A shing, ICP-AES, Gastrodia Elata, Trace Elements

### 致本期及以往各期每篇论文的联系 人拟赠《光电光谱分析》一书的通知

各有关同志:

《光电光谱分析》是我们编辑出版的一套丛书,共分4册(净重1.7kg),主要内容如下文所述。如果你认为对你有参考价值的话,可以赠送你一套(邮资自付,普通印刷品8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

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

#### 《光电光谱分析》主要内容如下:

本书(增刊)由周开亿主编,韦雅文、谢荣厚等为技术顾问。由《光谱实验室》编辑部编辑,已出版。1套4册,16开,共1236页,185万字。

第1册: 光电光谱分析原理, 30万字。论述了光电光谱分析的特点和应用范围、激发光源、分光系统、接收系统、计算机、定量分析方法、数据处理等。主要执笔者为南开大学翁永和教授。

第2册: 光电光谱仪, 70万字。介绍了国产的和进口的(美、英、日、德、瑞士等国)光电光谱仪的仪器结构、特点、功能、软件、日常操作等。由各个公司提供材料,主要执笔者有长城铝业公司金海泉高级工程师、贵阳钢厂李锦光高级工程师、华山机械厂郝泽民高级工程师、天津师范大学高宝岩副教授、本溪钢铁公司张宝森、周玉臣高级工程师、大连耐酸泵厂王春德高级工程师、钢铁研究总院谢荣厚教授等。

第3册: 光电光谱分析方法和应用, 65万字。其中有钢铁分析、有色金属分析、地质物料分析、化工环保试样分析、同位素分析等。主要执笔者由钢铁研究总院韦雅文高级工程师、本溪钢铁公司张宝森、周玉臣高级工程师、沈阳有色金属加工厂梁愚铃高级工程师、河南岩石矿物测试中心陈方伦高级工程师、北京铀矿地质研究所谭世源高级工程师、复旦大学杨之昌教授等。

第4册: 附录 光电光谱分析简明手册, 20万字。介绍了从事光电光谱分析常用的物理-化学常数, 常用分析线波长, 谱线和背景干扰状况, 试样化学处理方法, 计量单位的换算等。由沈阳有色金属加工厂梁愚铃高级工程师编写, 中国科学院物理研究所赵玉珍研究员等审校。

本书(增刊)比较全面地总结了三十年来我国光电光谱分析工作的经验, 比较集中地反映了各种高新技术和电子计算机在光谱分析中的应用, 是理论与实际密切结合并兼有手册性的著作。

《光电光谱分析》1套4册, 价值110元。