

火焰原子吸收光谱法测定兰州百合中的8种微量元素

梁保安, 张富捐

许昌学院化学系, 河南 许昌 461000

摘 要 采用 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ (3.5:1) 混酸作消化液, 在常压微沸条件下消解百合样品, 应用火焰原子吸收光谱法测定了兰州百合中的 Zn, Fe, Cu, Mn, Co, Pb, Cd 和 Cr 共 8 种元素的含量。研究了测定不同元素的仪器最佳工作条件, 确定了合适的样品消化体系, 考察了干扰情况、方法的准确度和精密度。在选定的实验条件下, 百合中各元素间相互不干扰, 可在同一份制备液中进行 8 种元素的分别测定。实验表明, 兰州百合中含有丰富的 Zn, Fe, 以及 Cu, Mn, 有害元素 Pb 和 Cd 未检出。方法的加标回收率为 94.20%~111.20%, $\text{RSD} \leq 2.54\%$ ($n=6$), 测定结果准确可靠。

关键词 火焰原子吸收光谱法; 兰州百合; 微量元素

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-0593(2007)04-0813-03

引 言

百合是百合科植物的鳞茎, 又称白百合, 自古作为药用。百合性寒、味甘, 具有养阴润肺、清心安神的功效。可以治疗肺癆久咳、咳唾痰血以及热病后余热未清、虚烦惊悸、神志恍惚以及脚气浮肿等病。百合中含有多种生物碱及糖苷、酚酸甘油酯及丙酸酯衍生物, 具有抗疲劳、抗氧化、抗过敏以及抗胃溃疡等药理作用^[1]。百合中所含的秋水仙碱, 为已知的治癌成分, 对癌细胞的分裂有抑制作用。此外, 百合中还含有多种营养成分, 如蛋白质、淀粉和微量元素等。现代医学研究证明, 微量元素与人体正常的新陈代谢、健康发育有着密切的关系, 在防病治病、延缓机体衰老方面有着重要作用^[2]。研究准确测定百合中微量元素的方法, 提供可靠的微量元素含量数据, 对揭示百合的药用和食用价值, 都具有实际意义。

在微量元素测定方面, 原子吸收光谱法以其快速、灵敏、准确的特点得到了广泛的应用。本文参考前人工作的经验, 用火焰原子吸收光谱法测定了兰州百合中的 Fe, Cu, Zn, Mn, Co, Cd, Pb 和 Cr 共 8 种元素。对消化体系的选择和消化剂的用量等对测定结果的影响, 以及样品中可能共存的其它元素对待测元素的影响进行了详细的研究。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

WFX-1F2B2 型原子吸收分光光度计(北京第二光学仪器

厂, 附带微机, 可自动给出测定结果); Fe, Cu, Zn, Mn, Co, Cd, Pb 和 Cr 共 8 种元素空心阴极灯(北京第二光学仪器厂)。

HNO_3 (G R 天津市鑫源化工厂); HClO_4 (G R 天津市鑫源化工厂); LaCl_3 (A. R 天津市华东试剂厂); Fe, Cu, Zn, Mn, Co, Cd, Pb 和 Cr 标准储备液(购自国家标准物质研究中心, 浓度均为 $100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$)。实验用水为去离子水。

1.2 仪器工作条件

用正交试验的方法, 确定的仪器最佳工作条件见表 1。

1.3 样品溶液的制备

将从市场购得的兰州百合用去离子水漂洗 2 次, 除去表面浮灰和杂质, 晾干后置于烘箱中于 105°C 烘干 2 h, 用玛瑙研钵研至全部过 0.1 mm 筛后装入玻璃广口瓶中, 放入干燥器里备用。

称取样品 2.5 g 左右于 100 mL 小烧杯中, 加入 18 mL HNO_3 , 盖上表面皿放置过夜后, 在电热板上低温消化至近干, 再加 5 mL HClO_4 , 加热, 待溶液冒大量白烟蒸发至近干时停止。将溶液无损失地转移到 100 mL 容量瓶中, 用去离子水定容至刻度摇匀。同时制备一空白溶液。按表 1 工作条件, 测定样品溶液中各元素的吸光度, 用仪器自带的分析软件可直接得出含量结果。

2 结果与讨论

2.1 样品处理条件的选择

2.1.1 消化体系的选择

收稿日期: 2006-01-16, 修订日期: 2006-05-28

基金项目: 河南省科技攻关项目(0324290010)资助

作者简介: 梁保安, 1955 年生, 许昌学院化学系副教授

为了找出效果好的消化体系,研究了 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$, $\text{HNO}_3\text{-HCl}$, $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ 等混合消化液对测定结果的影响。实验表明,采用 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ 体系比较合适,与文献报道结果^[3]一致。

2.1.2 HNO_3 , HClO_4 体积比的影响

以 V_{HNO_3} : V_{HClO_4} 等于 2 : 1, 2.5 : 1, 3 : 1, 3.5 : 1, 4 : 1, 4.5 : 1 和 5 : 1 的体积比消化样品,并考察对测定结

果的影响,实验表明,在体积比 3.5 : 1, 4 : 1 时的消化效果较好。本文采用 3.5 : 1 的体积比。

2.2 标准曲线

分别移取不同量的金属离子标准溶液稀释成浓度适宜的系列标准溶液,按表 1 所列条件进行测定,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成良好线性关系。

Table 1 Parameters for flame atomic absorption spectrometry

元素	波长/ nm	狭缝/ nm	灯电流/ mA	乙炔流量/ (L · min ⁻¹)	空气流量/ (L · min ⁻¹)	增益/ V	燃烧器高度/ mm
Zn	213.9	0.3	3	1.0	6	272	4
Cu	324.8	0.3	3	1.5	6.5	247	4
Fe	248.3	0.2	4	1.5	7	235	5
Pb	283.3	0.2	2	1.5	6	345	4
Cd	228.8	0.4	3	1.5	6	242	6
Mn	279.5	0.2	3	1.5	6.5	241	4
Co	240.7	0.2	3	1.5	6.5	421	6
Cr	357.9	0.4	3	1.5	4.5	208	6

Table 2 Standard solution series equation and interrelated coefficient

元素	标准溶液浓度/ (μg · mL ⁻¹)	线性回归方程	相关系数
Zn	2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00	$A = 0.0104c + 0.0010$	0.99999
Cu	1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00	$A = 0.0998c + 0.0002$	0.99986
Fe	2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00	$A = 0.0293c + 0.0095$	0.99944
Pb	2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00	$A = 0.0164c - 0.0004$	0.99988
Cd	2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00	$A = 0.0806c + 0.0010$	0.99871
Mn	0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00	$A = 0.1409c + 0.0012$	0.99996
Co	0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00	$A = 0.0601c - 0.0003$	0.99987
Cr	2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00	$A = 0.0041c + 0.0009$	0.99984

2.3 干扰考察

为了研究样品中待测各元素相互干扰情况及可能共存的其它元素对待测各元素干扰情况,向消化好的样品溶液中加入待测各元素标准溶液,然后进行测定,实验表明,标准加入曲线与标准曲线平行,所得结果一致,这说明在测定条件下,在样品含量范围内,待测各元素间相互无干扰^[4],共存元素也不干扰待测元素。所以,可以在一份制备液中分别测

定各元素。

2.4 方法准确度试验

为了进一步考察方法的准确度,做了加标回收率试验和精密度试验。结果列于表 3。由表 3 可知,回收率在 94.20% ~ 111.20% 之间,相对标准偏差 $\text{RSD} \leq 2.54\%$ ($n = 6$),表明该方法准确可靠。

Table 3 Precision and recovery($n = 6$)

元素	试样中含量/ μg	加入标准量/ μg	测得总量/ μg	回收率/ %	RSD/ %
Zn	7.92	20.00	26.95	95.15	1.55
Cu	0.83	20.00	20.99	100.80	2.11
Fe	1.47	2.00	3.42	97.50	1.97
Pb	-	10.00	11.12	111.20	0.92
Cd	-	8.00	7.92	99.00	2.17
Mn	0.51	10.00	11.12	106.10	2.54
Co	2.75	10.00	12.17	94.20	0.81
Cr	-	10.00	9.82	98.20	1.83

2.5 样品测定结果

按测定方法测定样品中的 8 种微量元素,结果列于表 4。

结果表明,兰州百合中含有丰富的人体必需的微量元素 Zn, Fe, Cu, Mn 和 Co, 未检出 Cr 及有害元素 Pb 和 Cd。

Table 4 Analytical results of trace elements in Lanchow lily($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)

元素	Zn	Cu	Fe	Pb	Cd	Mn	Cr	Co
含量/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	158.29	8.32	29.37	-	-	5.09	-	1.37

世界卫生组织(WHO)公布的成年人每日对部分微量元素的需要量是: Fe(12 mg), Zn(10 ~ 15 mg), Cu(30 $\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$), Mn(5 ~ 10 μg), Co(0.13 mg)^[5], 对比表 4 结果, 应该说兰州百合中这些微量元素的含量都很丰富, 尤其是 Zn/Cu 值很高。有研究表明, 肺病(西医称肺结核)患者头发和

血清中的 Zn 含量低于正常人, 而 Cu 含量高于正常人^[6], 这说明长期以来人们将百合作为治疗肺结核病的药物是有一定道理的。从现代保健的观点出发, 食补是最好的补充体内营养素缺乏的方法, 经常食用百合, 可以补充人体所必需的微量元素, 起到防病作用。

参 考 文 献

- [1] ZENG Ming, et al(曾 明, 等). Journal of Physical Education Institute of Shanxi Teachers University(山西师大教育学院学报), 2005, 20(1): 100.
- [2] XUE Guo-qing, LIU Qing, REN Xue-feng, et al(薛国庆, 刘 青, 任雪峰, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(11): 1461.
- [3] HAN Jin-tu, et al(韩金土, 等). Journal of Xinyang Teachers College(Natural Science Edition)(信阳师范学院学报·自然科学版), 2002, 15(2): 190.
- [4] LIU Yan-ming, WANG Hui, LIU Yan-fu, et al(刘彦明, 王 辉, 刘彦富, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(11): 1454.
- [5] JIANG Yuan-ru (江元汝, 编著). Chemistry in Our Daily Life(生活中的化学). Beijing: China Construction Materials Press(中国建材工业出版社), 2002. 40.
- [6] WANG Xin-ping(王新平). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2005, 25(2): 293.

Determination of Eight Trace Elements in Lanchow Lily by Flame Atomic Absorption Spectrometry

LIANG Bao-an, ZHANG Fu-juan

Department of Chemistry, Xuchang University, Xuchang 461000, China

Abstract The contents of eight microelements (Zn, Fe, Cu, Mn, Co, Pb, Cd and Cr) in Lanchow lily were determined by using flame atomic absorption spectrometry with the mixed acid of $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ (3:5:1) as the digesting solution and the sample of lily being dissolved under the circumstance of normal pressure and little boil. The optimal working conditions of the instruments used to determine the different elements were studied. The proper sample digestion system was determined. The disturbance, accuracy and precision of the method were examined. The elements in lily did not interfere with each other under the given experimental condition, so the authors can examine the eight elements in the same preparation solution. The experimental result indicates that there are abundant Zn, Fe, Cu and Mn in the Lanchow lily, but there are no harmful elements Pb and Cd. The recovery and relative standard deviations are 94.20%~111.20% and 2.45% ($n=6$), respectively. The result is accurate and reliable.

Keywords Flame atomic absorption spectrometry; Lanchow Lily; Trace elements

(Received Jan. 16, 2006; accepted May 28, 2006)