

1.3.4 线性考察

Ni: $Y = 1.75X - 1.16$ $r = 0.9995$

Fe: $Y = 0.122X + 0.039$ $r = 0.9999$

Mn: $Y = 0.041X + 0.0147$ $r = 0.9998$

Cu: $Y = 0.038X + 0.009$ $r = 0.9996$

Zn: $Y = 0.01X - 0.042$ $r = 0.9997$

线性范围:

Fe: 0.2~5mg/L Mn: 0.1~2.5mg/L Cu:
0.1~5mg/L Zn: 0.05~1mg/L Ni: 0.01~
8mg/L

2 结果与讨论

2.1 用原子吸收火焰法测定中草药及其土壤有效态微量元素含量,结果见表2。

表2 甘草及其生长土壤中有效态
铁、锰、铜、锌、镍的含量(单位:μg/g)

样品	铁	锰	铜	锌	镍
山西甘草	775.0	27.6	5.32	12.5	1.10
山西甘草生长土壤	23.2	27.8	2.55	12.67	0.4
新疆甘草	225.5	11.76	10.60	21.30	1.26
新疆甘草生长土壤	3.430	7.440	0.83	0.79	0.10

2.2 讨论

由于土壤微量元素的有效态反映土壤对植物

的供应情况,所以在讨论中草药与其生长土壤微量元素关系时,以土壤有效态微量元素为准。由表2可见,甘草各微量元素含量有较大差异,这表明中草药对土壤有效态微量元素的吸收具有选择性。另外,新疆甘草生长的土壤中微量元素含量明显低于山西甘草的生长土壤,其中,锌、铁的含量都为缺乏边缘值,锰、铜、镍都缺乏。可见,从微量元素的角度,新疆甘草生长的土壤更贫瘠。但新疆甘草中微量元素与山西甘草相比,除锰、铁略低外,其它都不低。由此可见,中草药中微量元素含量不仅仅决定于土壤中该元素有效态含量,还与其它因素有关,如土壤的酸碱性、元素的状态、元素在植物体内的代谢等。

中草药中微量元素与其生长土壤关系的研究是一个非常潜力的领域,它可以依据地道药材与一般药材元素含量上的差异,通过建立内外环境等生长条件,进行地道药材的移地栽培^[1,2]。

参 考 文 献

- 1 孔祥瑞,必需微量元素的营养、生理及临床意义,安徽科学出版社,1982
- 2 梅光泉,中草药中的微量元素。微量元素与健康研究,1994,11(2):26

大气中苯系物的气相色谱测定

邵逊生 谭生建

(北京 9702 信箱 15 号 国防科委后勤部医研所 100101)

本法采用活性炭管采集空气中苯、甲苯、二甲苯、苯乙烯、用二硫化碳解吸进样。柱子选用 3.5% 有机皂土 34 和 2.5% 邻苯甲酸二壬酯作固定液,用氢焰离子化检测器检测。以保留时间定性,峰高定量。

本法对苯、甲苯、二甲苯、苯乙烯的检测限分别为 0.8×10^{-6} 、 1.6×10^{-6} 、 3.2×10^{-6} 、 1.6×10^{-6} μg。

· 34 ·

1 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪:瓦里安公司 3700 型(附氢焰离子化检测器);

色谱柱:3.5% 有机皂土-34 + 2.5% 邻苯二甲到二壬酯/chromosorb w 高效 80-100 目,2 米 × 3 毫米金属柱。

1.2 试剂

苯、甲苯、二甲苯(对、间、邻)、苯乙烯 > 99.5% (上海试剂厂)
 二硫化碳
 活性炭采样管(购自劳动卫生职业病研究所)

氢气流速 30ml/min
 空气流速 300ml/min
 柱温 78℃
 气化室及检测器温度 150℃

2 实验方法

2.1 色谱柱的涂渍:

将固定液溶于溶剂,在 90℃ 水浴上加热回流 3h 至有机皂土溶解,呈淡黄色半透明混浊液,稍冷后趁热加入干燥的担体,继续回流 3h,并每隔 15min 振摇一次,结束后在通风橱内红外灯下轻轻拍打至溶剂全部挥发至担体呈疏松颗粒状心,在红外灯下烘两 h 装柱。

2.2 采样:

将采样管两端接到采样气路中,记录采样流量、时间、温度、气压。采样结束后,用胶帽密封两端待测。

2.3 解吸:

将活性炭倒入具塞试管中,加入 1ml 二硫化碳振摇 1min,静至 30min 后进样分析。

2.4 气相色谱分析

2.4.1 色谱条件

色谱柱:内径 3mm × 2M 金属柱

固定液:3.5% 有机皂土 - 34 和 2.5% 邻苯二甲酸二壬酯(DNP)

载气流速 30ml/min

2.4.2 标准曲线的绘制:用二硫化碳分别制备苯含量为 0.01 ~ 0.20 μg/μl,甲苯、二甲苯、苯乙烯含量各为 0.03 ~ 0.40 μg/μl 的标准溶液,按所选的色谱条件进行分析。相关系数分别为 0.9999、0.9996、0.9996、0.9993。

2.4.3 色谱定量:

采用标准样品保留时间定性,外标法峰高定量。

3 结果与讨论

3.1 方法的精密度:

用外标定量分析,相对标准偏差小于 ± 9%。
 用外标定量分析,苯、甲苯、苯乙烯的 RSD (%) 分别为 2.7、4.0、1.98、1.37, CV (%) 值分别为 3.5、3.62、3.42、3.64。

3.2 样品的加标回收率:

以活性炭采样管富集浓缩苯系物,经二硫化碳解吸后,苯、二甲苯、甲苯的平均回收率除个别情况外,基本满足分析要求。见表 1。

3.3 标准曲线的相关系数和最小检知量:见表 2:

表 1 苯系物回标回收率 (%)

品 种	苯			甲苯			二甲苯		
浓度(mg/ml)	18	5	2	35	10	3	35	10	3
回收率 (%)	93	99	97	85	99	99	61	99	108

表 2 标准曲线的相关系数和最小检知量

	苯	甲苯	二甲苯	苯乙烯
标液浓度范围(ppb)	0.01 ~ 0.20	0.03 ~ 0.40	0.03 ~ 0.40	0.03 ~ 0.40
相关系数(r)	0.9999	0.9996	0.9996	0.9993
最小检知量(μg)	0.8 × 10 ⁻⁶	1.6 × 10 ⁻⁶	3.2 × 10 ⁻⁶	1.6 × 10 ⁻⁶