

ICP-AES 法测定滇重楼中的微量元素

张金渝^{1,2}, 王元忠^{2,3}, 金航^{2*}, 杨维泽²

1. 云南大学生命科学学院生态遗传学实验室, 云南 昆明 650091
2. 云南省农业科学院药用植物研究所, 云南 昆明 650223
3. 中国农业科学院研究生院, 北京 100081

摘要 探讨滇重楼中多种金属元素的测定方法, 采用湿法硝酸-双氧水进行消解, 用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)同时测定试样中钾、镁及多种微量元素铅、铜、铁、铬、锌和锰等的方法。其检出限为 $0.0013 \sim 0.0846 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 变异系数为 $0.7\% \sim 4.6\%$, 回收率在 $93.7\% \sim 108.2\%$, 结果令人满意。发现中药滇重楼中含有比较丰富的铁元素, 微量元素在中药中可能起到一定的药理作用, 用 ICP-AES 测定中药微量元素以评价中药价值具有重要的意义。

关键词 ICP-AES; 微量元素; 滇重楼; 硝酸-双氧水消解

中图分类号: S759.8 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2009)08-2247-03

引言

滇重楼 *Paris polyphylla* Smith var. *yunnanensis* (Franch.) Hand-Mazz 是延龄草科 Trilliaceae 重楼属 *Paris* 侧膜亚属 Subgenus *Daiswa* (*Rafinesque-Schmaltz*) H. Li 多叶重楼 *Paris polyphylla* 的变种, 主要分布于长江以南地区, 是重要的药用植物, 具有清热解毒, 消肿止痛之功效, 为云南白药、宫血宁和季德胜蛇药等中成药的重要原料药^[1]。民间也用于治疗疮疡肿毒、毒蛇咬伤、乳腺炎、腮腺炎等病症。

近年来, 不少学者提出微量元素也是中药的有效成分, 认为药物达到归经部位是通过微量元素向病变部位的迁移、富集和亲和运动来实现的。微量元素也参与生物体中酶、激素和维生素的生理活性反应, 对有机体的正常代谢有重要作用。此外, 对中药所含有的无机元素的安全性评价研究, 也成为毒理学、中药药理学、生物无机化学的研究方向^[2,3]。

中药中的微量元素是中药功效的重要物质基础之一。人体所必须的微量元素具有多方面的生理功能, 尽管在人体内含量甚微, 但对人体健康起着重要作用, 人体的许多疾病与微量元素的失调有关, 在人体内有恒定水平, 量过多或缺乏都会引起疾患。因此, 对中药所含微量元素的研究已越来越引人注目^[4]。

ICP-AES 法具有灵敏度高、动态范围宽、相对干扰小、可同时测定多种元素等优点, 已广泛应用于中药、豆类食

品、陶瓷制品等样品中无机元素的定量测定。本文采用湿法硝酸-双氧水进行消解, 通过电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)同时测定中药滇重楼中的钾、镁、铅、铜、铁、铬、锌、锰等元素, 各元素的检出限为 $0.0013 \sim 0.0846 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 变异系数为 $0.7\% \sim 4.6\%$, 回收率在 $93.7\% \sim 108.2\%$, 结果令人满意。

1 实验部分

1.1 样品来源

滇重楼根茎, 野生植株采自云南省怒江州泸水县高黎贡山自然保护区海拔在 1 600 m 的林下隐蔽潮湿处。移栽至云南省农业科学院药用植物研究所种质资源基地内(海拔在 1 900 m 左右)。

1.2 仪器与试剂

ICPQ-1 000 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪(日本岛津公司)。入射功率 1.2 kW, 反射功率 $< 5 \text{ W}$; 载气流量 $1.0 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 辅助气流量 $1.5 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 冷却气流量 $10.5 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$; 观察高度 15 mm; 积分时间 20 s; 光栅刻线 $1920 \text{ l} \cdot \text{mm}^{-1}$ (1: lines), 玻璃气动雾化器及双筒雾室。

钾、镁、铅、铜、铁、铬、锌、锰标准储备液: 浓度均为 $1.000 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ (国家标准物质中心), 临用时用稀酸稀释成一定浓度的工作液。其余试剂均为分析纯以上, 水为去离子水。

收稿日期: 2008-05-06, 修订日期: 2008-08-08

基金项目: 科技部“十一五”支撑专项项目(2006BA106A12-13)资助

作者简介: 张金渝, 1975 年生, 云南省农业科学院药用植物研究所副研究员 e-mail: Jyzhang2008@126.com

* 通讯联系人 e-mail: jinhang@sina.com

1.3 实验方法

1.3.1 样品预处理

将滇重楼根茎用水冲洗干净后,用蒸馏水反复清洗,再用去离子水冲洗几次,晾干,放置在烘箱中保持 80 °C 干燥约 4 h 后,用植物粉碎机粉碎,过 100 目筛备用。

1.3.2 湿法硝酸-双氧水消解

准确称取滇重楼根茎 1.000 g,置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸,2 mL 双氧水,在电热板上于低温消化约 2 h,待 NO₂ 黄烟冒尽后(此时溶液颜色为黄棕色),升高温度加热至溶液近干,再重复操作 3~4 次(加 H₂O₂ 时必需将溶液先冷却),加 H₂O₂ 的次数可适当增减,根据溶液表面有否油脂小珠漂浮在上面,如有油脂小珠则应补加 HNO₃ 或

H₂O₂ 分解,加入少量去离子水继续加热至白烟冒尽,溶液为无色透明,加 15 mL 去离子水,溶解,转移到 100 mL 容量瓶中,用去离子水定容。同时平行做一份空白试液。

2 结果与讨论

2.1 元素的分析线、检出限和精密度

空白溶液消解后用 ICP-AES 法测定 10 次,其结果的 3 倍标准偏差作为检出限,各元素的分析线与检出限见表 1。K, Mg, Cr, Fe, Cu, Zn, Mn, Pb 变异系数依次为 2.2%, 0.7%, 1.3%, 4.6%, 3.9%, 2.8%, 3.1%, 1.5%, 各元素的变异系数范围为 0.7%~4.6%。

Table 1 Analytical lines and detection limits of elements determined

元素	K	Mg	Cr	Fe	Cu	Zn	Mn	Pb
波长/nm	766.4	279.5	285.5	259.9	324.7	213.8	257.6	220.3
检出限/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	0.013 3	0.008 7	0.084 6	0.024 7	0.035 6	0.007 3	0.001 3	0.004 9

2.2 样品的测定

准确称取滇重楼根茎 1.000 g,经上述方法消解后用去离子水并将其定容至 100 mL,用 ICP-AES 法测定,实验结果见表 2。

Table 2 Determination results of elements in sample(n=6)

元素	测定值/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	滇重楼中含量/($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)
K	89.74	8 974
Mg	37.44	3 744
Cr	0.236	23.60
Fe	9.331	933.1
Cu	0.076	7.600
Zn	0.068 9	6.890
Mn	4.255	425.50
Pb	0.0246	2.460

由表 2 可知,测定的元素中,滇重楼含有丰富的 K 和 Mg,另外 Fe(933.1 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$), Mn(425.5 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$) 含量

也比较丰富。

2.3 回收率试验

为了验证该方法的可靠性,我们进行了加标回收实验,通过添加 0.100 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的标准溶液,各元素的回收率都在 93.7%~108.2% 之间。实验结果见表 3。

Table 3 Results of recovery test(n=5)

元素	K	Mg	Cr	Fe	Cu	Zn	Mn	Pb
回收率/%	101.6	93.7	97.8	108.2	96.6	104.3	94.9	103.1

2.4 讨论

本文采用硝酸-双氧水体系消解方法对样品进行消解,用电感耦合等离子原子发射光谱(ICP-AES)分析技术同时测定中药滇重楼中钾、铜,以及多种微量元素。本实验中方法变异系数为 0.7%~4.6%,回收率在 93.7%~108.2%,比较理想。发现中药滇重楼中含有比较丰富的微量元素铁,微量元素在中药中可能起到一定的药理作用,用 ICP-AES 测定中药中微量元素以评价中药价值,具有重要的意义。

参 考 文 献

- [1] LI Heng(李 恒). Paris Plants(重楼属植物). Beijing: Science Press(北京:科学出版社), 1998, 23(5): 33.
- [2] ZHANG Yu(张 瑜). Chinese Journal of Basic Medicine in Traditional Chinese Medicine(中国中医基础医学杂志), 2004, 10(8): 67.
- [3] WANG Gang, CHEN Rong-da, LIN Bing-cheng(王 刚, 陈荣达, 林炳承). Chinese Journal of Pharmaceutical Analysis(药物分析杂志), 2002, 22(2): 151.
- [4] WANG Yuan-zhong, LI Tao, FANG Bo, et al(王元忠, 李 涛, 方 波, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2008, 28(3): 690.

Determination of Trace Elements in *Paris Polyphylla var. Yunnanensis* by ICP-AES

ZHANG Jin-yu^{1,2}, WANG Yuan-zhong^{2,3}, JIN Hang^{2*}, YANG Wei-ze²

1. Laboratory of Ecological Genetics, College of Life Science, Yunnan University, Kunming 650091, China

2. Institute of Medicinal Plant, Yunnan Academy of Agricultural Sciences, Kunming 650223, China

3. Graduate School of Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100081, China

Abstract Determination of metal elements in *Paris polyphylla var. yunnanensis* was studied by ICP-AES after HNO₃-H₂O₂ digestion. The average recovery of the method for K, Mg and trace elements such as Cu, Fe, Cr, Zn, Mn and Pb in the *Paris polyphylla var. yunnanensis* was found to be 93.7%-108.2%, while RSD ($n=5$) was 0.7%-4.6% for the metal elements. The method was applied to the analysis of some practical samples, and the results obtained were satisfactory. There is rich Fe in the samples. It is of important significance to assess the value of the Chinese medicine by the determination of trace elements in it with ICP-AES.

Keywords ICP-AES; Trace elements; *Paris polyphylla var. yunnanensis*; HNO₃-H₂O₂ digestion

* Corresponding author

(Received May 6, 2008; accepted Aug. 8, 2008)

第 6 届全国地质与地球化学分析学术报告会 (第一轮通知)

为推动全国地质与地球化学分析技术的发展,促进国内与国际学术交流,中国地质学会岩矿测试技术专业委员会定于 2009 年 8 月或 9 月举办第 6 届全国地质与地球化学分析学术报告会。

本届学术报告涵盖地质与地球化学分析技术各领域,主要包括:

- 岩石与矿物分析技术
- 生态环境与生物地球化学分析技术
- 有机地球化学分析
- 形态分析技术
- 材料、建材、核工业、煤等分析技术
- 分析仪器研制及软件研发应用
- 各种相关应用分析技术等

大会将邀请国内外著名学者作特邀报告,欢迎踊跃参加。请作者将 1500 字论文摘要于 2009 年 6 月 30 日前用电子邮件发给联系人。

联系人:吴晓军

电话:010-6899770

传真:010-68998605

电子邮件:wuxiaojun@cags.net.cn

地址:北京西城区百万庄大街 26 号(邮编 100037)国家地质实验测试中心

中国地质学会岩矿测试技术专业委员会
2009 年 2 月 2 日