

# 利用微波消解-火焰原子吸收光谱法测定

## 彝药“两头毛”中铁锌钙镁的研究

陶明 刘洪 (西昌学院生化系, 四川西昌 615022)

**摘要** [目的] 介绍测定“两头毛”中铁、锌、钙、镁的快速简便方法。[方法] 以采自四川大凉山“两头毛”作试材, 取其根和茎作样品, 利用微波消解法消解样品, 采用火焰原子吸收光谱法分别测定了彝药“两头毛”根和茎中的钙、镁、铁、锌。[结果] 对微波消解温度、压力和消解时间的试验表明, 同时使用6个消解罐、加入4 ml 硝酸时为最佳微波消解条件, 消解后可直接定容、分析。火焰原子吸收光谱法测定结果表明, “两头毛”中铁、锌、钙、镁的回收率为96%~105%, 相对标准偏差1.1%~5.3% (n=10), 加标回收率为96%~105%。采用该法对样品处理和测定具有快速简便、干扰少的特点。[结论] 微波消解-火焰原子吸收光谱法测定“两头毛”中铁、锌、钙、镁是一种快速简便方法。

**关键词** “两头毛”; 微波消解; 火焰原子吸收光谱法

中图分类号 S567.9 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2008)12-04833-02

### Determination of Fe, Zn, Ca and Mg in *Incarvillea arguta* Royle by Microwave Digestion Flame Atomic Absorption Spectrometry

TAO Ming et al (Department of Biology and Chemistry, Xichang College, Xichang, Sichuan 615022)

**Abstract** [Objective] The study aimed to introduce the fast and simple method of determining four metal elements (Fe, Zn, Ca, Mg) in *Incarvillea arguta* Royle. [Method] With *I. arguta* selected from Daliangshan mountain in Sichuan as tested material and its roots and stems as the samples which were digested by microwave digestion methods, four metal elements of Fe, Zn, Ca, Mg in *I. arguta* were determined by microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry (FAAS) method. [Result] The experiment on microwave digestion temperature, pressure and digestion time showed that the optimum digestion condition was using 6 digestion jars in simultaneity and adding 4 ml nitric acid. After digestion it could be constant volume directly. FAAS determination showed that the recoveries obtained for Fe, Zn, Ca and Mg in *I. arguta* were in 96%~105%, with RSD of 1.1%~5.3% (n=10). The method for treating and determining the samples had fast and simple traits with less interference. [Conclusion] The digestion-FAAS method was a fast and simple method to determine Fe, Zn, Ca, Mg in *I. arguta*.

**Key words** *Incarvillea arguta* Royle; Microwave digestion; Flame atomic absorption spectrometry (FAAS)

彝族药“两头毛”属紫葳科角蒿属植物, 产于甘肃、四川、贵州、云南及西藏等地<sup>[1]</sup>。为多年生具茎草本, 高达1.5 m, 根数条, 木质, 粗壮, 表面浅棕褐色; 叶互生, 羽状复叶, 长约15 cm。彝族民间称为“瓦布友”, 具有治疗肝部疾患、痢疾、跌打损伤、风湿骨痛、慢性胃炎等功效<sup>[2-3]</sup>。对于“两头毛”的化学成分已有研究<sup>[4-6]</sup>, 但对其微量元素的含量则未见报道。笔者利用微波消解法消解样品, 采用火焰原子吸收光谱法分别测定了彝族药“两头毛”根和茎中的钙、镁、铁、锌。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

**1.1.1 仪器。** WFX 1F2B2 型原子吸收光谱仪(北京瑞利分析

仪器厂); 铁、锌、钙、镁空心阴极灯(北京瑞利分析仪器厂); WX-4000 型温压双控微波消解仪及配套框架式高压密闭消解罐(上海屹尧分析仪器有限公司)。

**1.1.2 试剂。** 铁、锌、钙、镁标准储备溶液 1.000 mg/ml, 按常规方法配制, 用时稀释至 50.0 μg/ml。硝酸、盐酸均为优级纯; 过氧化氢、氯化锶为分析纯。所用水为二次石英亚沸蒸馏水。所用的容器在使用前于 6 mol/L 的稀硝酸中煮沸 1 h。

**1.1.3 “两头毛”样品。** 采自四川大凉山。

### 1.2 方法

**1.2.1 仪器工作条件的选择。** 采用空气-乙炔火焰进行测定。通过实验, 确定的仪器最佳工作条件见表 1。

表 1 仪器测定条件

Table 1 Working condition of instrument

元素 Element	波长 nm Wave length	灯电流 nA Lamp current	燃烧器高度 mm Height of burner	乙炔流量 L/min Flow capacity of acetylene	空气流量 L/min Flow capacity of air	光谱带宽 nm Width of spectral band
Fe	248.3	5.5	6.0	1.0	7.0	0.2
Zn	213.9	4.0	5.0	0.8	7.0	0.4
Ca	422.7	2.5	10.0	1.0	7.0	0.4
Mg	202.5	8.0	8.0	0.8	7.0	0.4

**1.2.2 样品的处理。** 选取具有代表性的“两头毛”根和茎, 先后用自来水、去离子水和二次石英亚沸蒸馏水冲洗干净, 于 80℃ 烘 12 h, 研细备用。分别称取上述研细后的样品 0.200 0 g 于聚四氟乙烯微波消化罐中, 加入 4 ml 浓硝酸, 在选定条件下于微波消解仪中微波消解。微波消解完成后, 分

别加入 10 滴 30% 过氧化氢, 得无色透明溶液。转移至 50 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度得待测液。同时作空白溶液。

**1.2.3 样品的分析。** 铁、锌的测定: 直接用上述待测液进样测定。钙、镁的测定: 取上述待测液 10 ml 于 50 ml 容量瓶中, 加入 0.5 ml 20% 氯化锶溶液, 用水稀释至刻度后进样测定。

## 2 结果与分析

### 2.1 样品消解条件的选择

**2.1.1 消解体系的选择。** 分别试验了硝酸、硝酸+盐酸(3+1)、硝酸+高氯酸(6+1)、硝酸+过氧化氢(4+1)和硝酸消解后滴加过氧化氢 5 种不同的消解体系消解样品, 试验结果

基金项目 四川省教育厅重点项目(07ZA099)。

作者简介 陶明(1961-), 男, 四川冕宁人, 教授, 从事分析化学的教研工作。

收稿日期 2008-02-25

表明,采用硝酸消解后滴加过氧化氢体系消解样品效果最好。当称取样品0.200 0 g 时,以加入4 ml 硝酸和10 滴30% 过氧化氢为最佳。故该试验选用4 ml 硝酸和加入无污染的过氧化氢作为消解样品的溶剂。

**2.1.2 微波消解条件的选择。**对微波消解温度、压力和消解时间进行了试验,得出在同时使用6 个消解罐、加入4 ml 硝酸时的最佳条件(表2)。

表2 微波消解条件

Table 2 Operating conditions of the microwave assisted digestion

步骤	温度	压力 MPa	保持时间 min
Step	Temperature	Pressure	Hld time
1	140	1.5	5
2	170	2.0	8

**2.2 测定方式的选择** 分别试验了无背景校正、自吸背景校正、氘灯背景校正3 种测定方式,其结果无明显差别,所以采用无背景校正法进行测定。

**2.3 标准曲线的绘制**

**2.3.1 钙、镁标准曲线的绘制。**在7 个100 ml 容量瓶中,分别加入钙标准溶液(50.0 μg/ml) 0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0、12.0 ml,镁标准溶液(50.0 μg/ml) 0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0、12.0 ml,再各加入1.6 ml 浓硝酸,1.0 ml 20% 氯化锶溶液,用水稀释至刻度,按测定条件测定吸光度。所得回归方程和相关系数为:钙,  $A=0.0247C$  (C 为浓度,单位 μg/ml,下同),  $R=0.9990$ ; 镁,  $A=0.05488C$ ,  $R=0.9992$ 。

**2.3.2 铁、锌标准曲线的绘制。**在7 个100 ml 容量瓶中,分别加入铁标准溶液(50.0 μg/ml) 0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0 ml,锌标准溶液(50.0 μg/ml) 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2 ml,再各加入8.0 ml 浓硝酸,用水稀释至刻度,按测定条件测定吸光度。所得回归方程和相关系数为:铁,  $A=0.08759C$ ,  $R=$

$=0.9996$ ; 锌,  $A=0.4356C$ ,  $R=0.9995$ 。

**2.4 样品分析结果和方法的精密度** 分别称取0.200 0 g “两头毛”根和茎各10 份,按分析方法进行分析,并进行加标回收试验,分析结果见表3。

表3 测定结果及回收试验

Table 3 Analytical results and recovery test

样品	元素	测得量	RSD	加标量	测得总量	回收
Sample	Element	ng/g Found	%	ng/g Added	ng/g Total found	rate %
根 Root	Fe	0.500	5.3	0.500	1.020	104
	Zn	0.010	4.8	0.025	0.035	100
	Ca	5.920	1.1	5.000	11.200	105
	Mg	3.200	2.8	5.000	8.300	102
茎 Stem	Fe	0.190	4.7	0.500	0.710	104
	Zn	0.018	4.3	0.025	0.042	96
	Ca	5.630	2.2	5.000	10.800	103
	Mg	2.940	2.1	5.000	8.130	104

### 3 结论

试验表明,利用微波消解-火焰原子吸收光谱法测定彝药“两头毛”中铁、锌、钙、镁的含量,具有样品消解快、试剂用量少、快速简便的特点;测定的相对标准偏差小于5.3%;加标回收率达96%~105%;结果准确、可靠。

### 参考文献

- [1] 中国科学院植物研究所. 中国高等植物科属检索表 M. 北京: 科学出版社,1995:151.
- [2] 李耕冬. 彝药“瓦布友”的研究[J]. 中草药,1986,17(6):32.
- [3] 刘圆,阿子阿越,刘超,等. 凉山彝族医药的调查报告[J]. 时珍国医国药,2006,17(8):1377.
- [4] 吉腾飞,冯孝章. 毛子草化学成分的研究[J]. 中草药,2002,33(11):967.
- [5] 余正文,朱海燕,杨小生,等. 毛子草化学成分及其促PG12 细胞的分化作用研究[J]. 中国中药杂志,2005,30(17):1335.
- [6] 周大颖,杨小生,杨波,等. 黔产毛子草化学成分研究[J]. 天然产物研究与开发,2007,19(5):807.

caitenid,tocopherol and thids[J]. American Journal of Clinical Nutrition (Suppl), 1991,153:194-203.

- [2] RIBAYA MERCADO J D, GARMYNM, GLCHREST B A. Skinlycopere is destroyed preferentially over  $\alpha$ -carotene during ultraviolet irradiation in humans [J]. Journal of Nutrition,1995,125:1854-1859.
- [3] 王罗新,吕军,杜宗良,等. 番茄红素与 $\beta$ -环糊精包结物的紫外-可见吸收光谱研究[J]. 光谱学与光谱分析,2004,24(4):183-186.
- [4] 孙新虎,李伟,丁霄霖. 番茄红素-环糊精包结物的制备[J]. 中国食品添加剂,2002(5):8-11.
- [5] 李伟,丁霄霖. 番茄红素-环糊精包结物的制备[J]. 食品科学,2002(10):39-43.
- [6] GRACIETTE MAILLIU. Microencapsulation of lycopene with cyclodextrins[J]. Genet Technol Aliment Campinas,2003,23(S1):102-105.
- [7] 杨坤,丁霄霖. 番茄红素水溶性包结物的研究[J]. 食品与生物技术学报,2005,5(24):98-101.
- [8] 王亚娜,陆亚鹏,任勇,等. 环糊精及衍生物 药物包台常数的测定方法及其应用[J]. 药学进展,2004,28(1):23-28.
- [9] 谢文磊,徐卫河,冯光柱. 紫外光谱法研究环糊精与卵磷脂的包结作用[J]. 光谱学与光谱分析,2001,21(5):707-708.
- [10] 邵琼芳,董明,谢小红,等. 红外光谱测定-CD-氯菊酯包合物主-客体比的研究[J]. 光谱学与光谱分析,2004,24(6):698-700.
- [11] 李向军,连军,双少敏,等. 相溶解度法研究芦荟大黄素和环糊精及其衍生物的包结作用[J]. 分析科学学报,1999,15(5):368-371.
- [12] 孙传庆,胡小明,朱金玲,等. 番茄红素的微胶囊化研究和稳定性实验[J]. 食品科技,2007(2):166-170.

(上接第4816 页)

表3 稳定性考察试验

Table 3 Stability test

项目	放置时间 d	含量 % Content		
		油树脂	包合物A	包合物B
Observation	Storage time	Oleoresin	Inclusion complex A	Inclusion complex B
(4 500 ±500) lx 照射	5	80.05	95.81	97.21
Irradiation with (4 500 ±500) lx	10	64.85	93.30	96.02
60 高温	5	78.08	98.07	99.35
High temperature	10	62.85	96.20	96.68
相对湿度(90 ±5) %	5	92.80	99.21	102.30
Relative humidity	10	85.10	96.80	97.27

注:包合物A 为番茄红素-环糊精包合物;包合物B 为番茄红素-混合环糊精包合物。外观:各处理油树脂均为表面红色变浅,包合物A 和包合物B 均为均匀红色。

Nte :A means lycopene/ $\beta$ -cyclodextrin inclusion complex ; B means lycopene/mixed-cyclodextrin inclusion complex . Appearance :Surface of oleoresin in each treatment are red and turns to light red gradually . A and B are both even red .

### 参考文献

- [1] DI MASCO P, MURPHY MC. Sesquiterpene antioxidant defense systems, the role of