

火焰原子吸收光谱法测定山药中微量元素含量

成娟,胡久梅*,李婧,李云龙,江南屏
(西南交通大学生命科学与工程学院,成都 610031)

[摘要] 目的:使用火焰原子吸收光谱法测定山药药材中微量元素含量。方法:利用浓硝酸-高氯酸(4:1)混合溶液进行样品消解,采用火焰原子吸收光谱法对 6 种不同来源的山药样品中 Mn、Fe、Cu、Zn、Mg 元素含量进行了测定。结果:山药药材中富含微量元素,其含量高低依次为 Mg>Fe>Cu>Zn>Mn。5 种元素含量测定方法的回收率在 95.50%~103.50%。结论:该方法灵敏、快速、稳定,可供山药微量元素含量测定。

[关键词] 山药;微量元素;火焰原子光谱法

[中图分类号] R284.1 [文献标识码] A [文章编号] 1005-9903(2012)24-0154-03

Determination of Trace Elements Content in Dioscoreae Rhizoma
by Flame Atomic Absorption Spectrometric

CHENG Juan, HU Jiu-mei^{1*}, LI Jing, LI Yun-long, JIANG Nan-ping
(College of Life Science and Engineering, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China)

[Abstract] **Objective:** Use flame atomic absorption spectrometric method for the determination of trace elements content in Dioscoreae Rhizoma. **Method:** Six Dioscoreae Rhizoma samples of six different sources were purchased and the mixed solution of HNO₃ and HClO₄ (4:1) was used to digest the sample of Dioscoreae Rhizoma. The content of Mn, Fe, Cu, Zn, Mg, in the sample solution was determined by FAAS. **Result:** Dioscoreae Rhizoma medicinal materials contain trace elements, its content from high to low was Mg>Fe>Cu>Zn>Mn. The recovery rate of this method was 95.50%-103.50%. **Conclusion:** The method is sensitive, rapid, stable, and can be used for determination of trace elements in Dioscoreae Rhizoma.

[Key words] Dioscoreae Rhizoma; trace elements; flame atomic absorption spectrometric

[收稿日期] 20120507(332)

[第一作者] 成娟,在读硕士,从事药物生物技术研究,Tel:18208143127,E-mail:478481979@qq.com

[通讯作者] *胡久梅,副研究员,从事药物生物技术研究,Tel:13808054196,E-mail:biojy@home.swjtu.edu.cn

参考文献[2-3]及本制剂原标准中芍药苷的提取溶剂,分别对提取溶剂(甲醇、70%乙醇、16%乙腈)、超声时间(15,30,45,60 min)、溶剂用量(25,50,75 mL)分别进行了考察,结果以加 25 mL 甲醇超声提取 30 min 为优。

[参考文献]

[1] 李怀荆,郭忠兴,陈晓光,等.甘草、白芍及合用对在体兔肠管运动的影响[J].佳木斯医学院学报,1992,15(5):10.

[2] 张科卫,李伟,崔小兵,等. HPLC 法测定胃康灵胶囊中芍药苷和甘草苷[J].中草药,2006,37(12):1821.

[3] 柏冬,范斌,牛晓红,等.多波长高效液相色谱法同时测定桂枝汤中 5 种有效成分的含量[J].药物分析杂志,2010,30(1):1.

[4] 付克,张坤,闫广利,等. HPLC 测定柴芩清肝方有效部位群提取物中黄芩苷、甘草苷和芍药苷[J].中医药信息,2011,28(4):12.

[5] 杨书良,王华,杨波. HPLC 法测定芍甘合剂中芍药普及甘草苷含量[J].黑龙江医药,2008,21(6):2.

[6] 国家药典委员会.中华人民共和国药典.一部[S].北京:中国医药科技出版社,2010:96.

[责任编辑 顾雪竹]

山药为薯蓣科植物薯蓣 *Dioscorea opposita* Thunb. 的干燥根茎,具有补脾养胃、生津润肺、补肾涩精的功效^[1-4],用于脾虚证,肺虚证,肾虚证,消渴气阴两虚证^[5]。山药块茎主要含淀粉、蛋白质、游离氨基酸等营养成分以及多糖,尿囊素、胆碱等。目前,山药多糖是公认的其主要活性成分,也是近年来山药研究的热点^[6-7]。研究表明淮山药多糖对小鼠体液免疫、细胞免疫功能、非特异性免疫功能及抗氧化能力都有增强作用^[8-9]。

随着生物无机化学和现代医学的发展,人们意识到药材中无机成分,特别是微量元素,不仅影响到药材的药效,在人体健康、生长发育和预防疾病等方面都有重要作用^[10]。而且,众多研究表明微量无机元素是中药疗效的物质基础之一,它通过与氨基酸等成分络合产生协同作用并增强其疗效,在不同程度上起着中医的整体治疗作用,如调节代谢,平衡阴阳、补虚损、健筋骨等^[11]。本文利用火焰原子吸收光谱法测定山药中 Mn, Fe, Cu, Zn, Mg 5 种微量元素的含量,并进行分析比较,为山药的药效研究及其应用提供基础科学数据。

1 材料

1.1 仪器与试剂 AAnalyst800 型原子吸收光谱仪(美国 Perkin-Elmer 公司),JY-04 200 克多功能粉碎机(浩瀚工贸有限公司),电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司),ML-1.5-4 型电热板(北京永光明医疗仪器厂),KY-PE 型 Mn, Fe, Cu, Zn, Mg 空心阴极灯(北京曙光电子光源仪器有限公司),GR22G 型高速冷冻离心机(日本日立公司),AKUP-TV-10 爱科超纯水机(振大水处理器材太仓有限公司)。实验所用硝酸、高氯酸均为优级纯,用水为超纯水;Mn, Fe, Cu, Zn, Mg 标准储备液 1 000 mg·L⁻¹(国家有色微量及电子材料分析测试中心)。

1.2 样品 山药样品(饮片)分别购于成都市各大药房:太极大药房、华夏平价药房、北京同仁堂、乐源堂、华安堂、隆泰药房,依次为 1~6 号。

1.3 仪器工作条件 本研究使用 AAnalyst800 原子吸收光谱仪,仪器工作条件见表 1。

2 方法与结果

2.1 对照品溶液的配制 取 Mn, Zn 标准储备液(1 000 mg·L⁻¹)用 1% HNO₃ 溶液稀释得浓度梯度为 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 μg·L⁻¹ 的标准工作溶液;取 Cu 标准储备液(1 000 mg·L⁻¹)用 1% HNO₃ 溶液稀释得浓度梯度为 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 μg·L⁻¹ 的标准工作溶液;取 Fe 标准储备液(1 000 mg·L⁻¹)用

表 1 火焰原子吸收光谱仪工作条件

元素	灯电流 /mA	狭缝 /H	波长 /nm	空气流 /L·min ⁻¹	乙炔气流 /L·min ⁻¹
Mn	20	0.2	279.5	17.0	2.0
Fe	20	0.2	248.3	17.0	2.0
Cu	15	0.7	324.8	17.0	2.0
Zn	15	0.7	213.9	17.0	2.0
Mg	10	0.7	285.2	17.0	2.0

1% HNO₃ 溶液稀释得浓度梯度为 0, 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0 μg·L⁻¹ 的标准工作溶液;取 Mg 标准储备液(1 000 mg·L⁻¹)用 1% HNO₃ 溶液稀释得浓度梯度为 0, 0.2, 0.3, 0.4, 0.6 μg·L⁻¹ 的标准工作溶液。

2.2 标准曲线绘制及回归方程 用火焰原子吸收光谱法测定 Mn, Fe, Cu, Zn, Mg 的标准工作溶液,采用线性计算截距绘制标准曲线,得到各元素的回归方程、相关系数见表 2。

2.3 样品溶液制备 将山药样品(饮片)烘干、粉碎,过 60 目筛,放入干燥器备用。实验时,准确称取 2.0 g 山药样品置于 250 mL 三角瓶中,加入 20 mL 混合酸(浓硝酸-高氯酸 4:1),放置 24 h,于电热板上加热消解。先低温加热至棕色气体冒尽,再调至高温加热至消化液冒白烟。当消化液清澈透明时补加超纯水继续加热赶酸。最后,当消化液白烟冒尽后,取下冷却,转入 50 mL 聚丙烯量瓶中,用 1% 硝酸溶液定容,再转入 50 mL 离心管中,20 ℃,4 000 转,离心 20 min,取上清液,制得样品液,待测;用同样方法制得待测试样空白溶液。

表 2 回归方程和相关系数

元素	回归方程	<i>r</i>
Mn	<i>A</i> = 0.090 4 <i>C</i> - 0.000 6	0.999 5
Fe	<i>A</i> = 0.046 4 <i>C</i> + 0.000 7	0.999 8
Cu	<i>A</i> = 0.065 9 <i>C</i> - 0.000 2	0.999 8
Zn	<i>A</i> = 0.189 8 <i>C</i> + 0.000 6	0.999 5
Mg	<i>A</i> = 0.568 9 <i>C</i> + 0.003 8	0.999 6

2.4 山药样品中微量元素含量测定 按照 2.3 样品溶液制备过程制得的各样品液,在 1.3 中仪器工作条件下,直接进样测定样品中 Mn, Cu, Zn 含量;分别稀释 10 倍,25 倍进样测定样品中 Fe, Mg 含量。测定结果见表 3。

3 方法学考察

3.1 精密度试验 依照火焰原子吸收仪工作条件,依次对浓度分 0.3, 0.1, 0.1, 0.1, 0.2 mg·L⁻¹ 的 Mn, Fe, Cu, Zn, Mg 的标准溶液,连续进样 6 次进行测

表 3 山药样品微量元素含量 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$

样品	Mn	Fe	Cu	Zn	Mg
1 号	2.700 0	59.750	5.775 9	5.400 8	90.135 2
2 号	1.724 8	24.500	4.199 6	4.074 6	43.433 2
3 号	2.074 2	62.875	6.297 5	5.098 0	143.067 8
4 号	1.774 1	43.000	3.723 3	2.523 9	25.613 5
5 号	3.948 0	83.250	6.346 8	6.771 6	146.489 0
6 号	1.699 6	28.625	4.448 9	3.299 2	35.303 7

定,计算测定各元素的 RSD 分别 1.28% , 2.66% , 1.92% , 2.20% , 1.82% ,表明火焰原子吸收光谱法精密度良好。

3.2 重复性试验 依照 2.3 样品溶液制备过程,平行称取 5 份山药 1 号样品,重新消解,得到 5 份山药 1 号样品待测样品液,依照 1.3 仪器工作条件依次进行测定。计算测定结果得到 Mn, Fe, Cu, Zn, Mg 的 RSD 分别为 2.36% , 3.56 % , 1.26% , 4.63% , 0.39% ,表明火焰原子吸收光谱仪的误差小,实验数据可靠。

3.3 稳定性试验 对依照 2.3 样品溶液制备方法制得的山药 1 号样品液进行第一次测定,放置 24 h 后,再次测定。结果显示两次所测样品溶液中 Mn, Fe, Cu, Zn, Mg 的含量基本一致,说明所测样品溶液室温放置 24 h 基本稳定。

3.4 加样回收率试验 选择已知含量的山药 2 号样品,平行取 6 份各 2.0 g,其中一份直接按照 2.3 样品液制备方法制得待测样品液,另外 5 份分别加入相当含量的 Mn, Fe, Cu, Zn, Mg 标准溶液一起消解得待测加标样品液。在 1.3 仪器工作条件下,分别进行测定,计算得回收率,结果见表 4。

表 4 5 种元素加样回收率试验($n=6$)

元素	样品量 / μg	加入量 / μg	测定量 / μg	回收率 /%	RSD/%
Mn	3.550 0	3.700 0	7.350 0	102.70	3.99
Fe	47.000	50.000	98.750	103.50	4.35
Cu	8.720 0	8.500 0	16.970	97.06	0.65
Zn	8.450 0	10.000	18.000	95.50	0.67
Mg	89.000	90.000	177.128	97.92	0.82

4 讨论

实验结果表明:采用浓硝酸-高氯酸(4:1)混合溶液消解山药样品,利用火焰原子吸收光谱仪测定山药中 Mn, Fe, Cu, Zn, Mg 5 种微量元素含量,其方法学的精密度、重复性和稳定性均达到要求,可用于山药中微量元素含量的测定。

本文共测定了 6 种山药样品中 Mn, Fe, Cu, Zn, Mg 5 种元素含量,其含量高低依次为 Mg, Fe, Cu, Zn, Mn。虽然微量元素在体内的含量微乎其微,但却起到了重要的生理作用,它们作为酶、激素、维生素、核酸的成分,参与生命的代谢过程^[12]。

[参考文献]

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:中国医药科技出版社,2010:27.

[2] 苏敬. 新修本草[M]. 合肥:安徽科学技术出版社,1981:150.

[3] 赵彦青,王爱凤. 怀山药的药理研究进展[J]. 中医研究,2000,13(5):49.

[4] 杨武德,李白玲,冯靖. 怀山药及不同炮制品多糖含量分析[J]. 贵阳中医学院学报,2004,26(3):61.

[5] 吕鹏,贾秀梅,张振凌,等. 怀山药及非药用部位总黄酮含量测定[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(2):65.

[6] 袁书林. 山药的化学成分和生物活性作用研究进展[J]. 食品研究与开发,2008,29(3):176.

[7] 贾艳. 山药多糖的药理学研究[J]. 中国医药指南,2012,10(9):54.

[8] 徐增莱,汪琼,赵猛,等. 淮山药多糖的免疫调节作用研究[J]. 时珍国医国药,2007,18(5):1040.

[9] 乔蓉,孙宁. 浅议山药抗衰[J]. 中医临床研究,2012,4(4):34.

[10] 游富英,刘妍,毕慧敏. 非完全消解-火焰原子吸收光谱法测定山药中微量元素[J]. 光谱实验室,2010,27(5):1769.

[11] 石杰,李建军,屈凌波. 中草药中微量硫和汞的同时测定[J]. 光谱学与光谱分析,2002,22(5):871.

[12] 夏敏. 必需微量元素的生理功能[J]. 微量元素与健康研究,2003,20(3):41.

[责任编辑 顾雪竹]