

广西何首乌中微量元素的原子吸收光谱分析

程碧桃

(广西轻工业学校, 南宁 530001)

摘要 用原子吸收光谱法测定了广西何首乌中 4 种微量元素, 考查了方法的精密度和准确度, 变异系数为 3.1%~4.3%, 回收率为 94.5%~105.1%。

关键词 何首乌; 微量元素; 原子吸收光谱法

ATOMIC ABSORPTION SPECTRUM ANALYSIS OF TRACE ELEMENTS IN ROOT OF POLYGONUM MULTIFLORUM OF GUANGXI

Cheng Bitao

(Guangxi School of Light Industry, Nanning 530001)

Abstract Determination of 4 kinds of trace elements in root of *Polygonum multiflorum* of Guangxi by atomic absorption spectrum method. checking up the accuracy and the precision of the method. The coefficient of variation is 3.1%~4.3%, the recovery is 94.5%~105.1%.

Key words *Polygonum multiflorum*; trace element; atomic absorption spectrum method

何首乌为蓼科植物何首乌 (*Polygonum multiflorum* Thb.) 的干燥块根。为广西特产的中药材之一。何首乌所具有的生物活性作用, 固然与其含有的有机成分有关, 但也不能忽视微量元素的作用, 中药中微量元素与其疗效的关系已日益受到关注。研究和测定中药中的常见元素, 不仅可为中药药理作用的研究提供基础数据, 也能为中药材的鉴定提供依据⁽¹⁾。原子吸收法具有准确度和灵敏度高, 选择性好, 简单, 快速等优点。本文应用火焰原子吸收法对广西 3 产地何首乌中 4 种人体必需微量元素的含量进行测定, 试图为评价何首乌的优劣提供一种方法和依据。

1 实验材料

1.1 仪器与试剂

日立—Z 8000 原子吸收光谱仪;

Cu Zn Fe Mn 空心阴极灯;

1996-08-21 收稿

作者简介: 程碧桃, 女, 1953 年出生, 实验师, 分析化学专业。

HNO₃ HClO₄ 均为优级纯;

Cu Zn Fe Mn 标准贮备液 1 mg/mL (核工业部北京第五研究所出品), 标准使用液为 10 μg/mL (Fe 为 100 μg/mL)。

所用水为石英蒸馏双蒸水。

1.2 样品来源及处理

药材何首乌采自广西的南丹、靖西和桂林, 原植物学名由广西中医学院中药鉴定教研室林安平鉴定。样品先用自来水洗去泥土及夹杂物, 再用蒸馏水冲洗干净后, 用不锈钢刀切片, 85℃ 恒温烘箱中干燥 8 h, 用不锈钢粉碎机粉碎样品, 过 100 目尼龙筛, 干燥器中保存。

2 方法与结果

表 1 工作参数

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃烧器高度 (mm)	空气/乙炔雾化压力 (kg/cm ²)
Cu	324.7	1.3	7.5	7.5	1.6/0.3
Zn	213.9	1.3	5	7.5	1.6/0.2
Fe	248.3	0.2	7.5	7.5	1.6/0.3
Mn	279.5	0.4	5	7.5	1.6/0.3

2.1 原子吸收法测量的工作参数

(见表 1)

2.2 样品消化及制备

精确称取样品细粉 1.500 0 g 于锥形瓶中, 加入混合酸 (HNO₃-71% HClO₄1+2) 20 mL, 在锥形瓶上放上小漏斗, 于调温电炉上逐渐加热, 当

激烈反应后, 溶液呈无色, 继续加热 (微沸) 至冒白烟, 此时溶液逐渐变为黄色, 冷却后溶液为无色, 转入 25 mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至刻度, 摇匀, 过滤, 弃去前 10 mL 初滤液, 收集 10 mL 与标准系列溶液同时测定 (测定铁含量时滤液稀释一倍), 同时做试剂空白, 用南丹何首乌样品对各元素做标准加入法回收率试验。

2.3 标准曲线

铜标准曲线的绘制: 分别吸取 10 μg/mL 铜标准溶液 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用 0.1 mol/L HNO₃ 稀释至刻度, 摇匀, 该标准系列浓度范围为 0.00 ~ 1.00 μg/mL, 按拟定的测量条件测定吸光值, 绘制标准曲线。r=0.999 6。

锌标准曲线的绘制: 分别吸取 10 μg/mL 锌标准溶液 0.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用 0.1 mol/L HNO₃ 稀释至刻度, 摇匀, 该标准系列浓度范围为 0.00 ~ 2.00 μg/mL, 按拟定的测量条件测定吸光值, 绘制标准曲线。r=0.999 5。

铁标准曲线的绘制: 分别吸取 100 μg/mL 铁标准溶液 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用 0.1 mol/L HNO₃ 稀释至刻度, 摇匀, 该标准系列浓度范围为 0.00 ~ 10.00 μg/mL, 按拟定测量条件测定吸光值, 绘制标准曲线。r=0.999 4。

锰标准曲线的绘制: 分别吸取 10 μg/mL 锰标准溶液 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用 0.1 mol/L HNO₃ 稀释至刻度, 摇匀, 该标准系列浓度范围为 0.00 ~ 0.50 μg/mL, 按拟定测量条件测定吸光值, 绘制标准曲线。r=0.999 7。

2.4 精密度试验

精确称取样品 1.500 0 g, 按样品测定步骤, 各作 6 次平行测定。测得该方法的精密度: Cu RSD=3.6%, Zn RSD=4.1%, Fe RSD=4.3%, Mn RSD=3.4%。

2.5 回收率试验

精确称取样品 1.500 0 g, 加入一定量的 Cu、Zn、Fe、Mn 标准溶液, 置于锥形瓶中, 按实

验方法消化、测定, 试验结果见表 2。

2.6 样品测定

用原子吸收法, 对广西 3 产地何首乌中的 4 种微量元素进行了分析, 结果见表 3。

表 2 回收率试验结果 (n=6)

测定元素	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 (%)
Cu	6.00	6.31	105.1
Zn	10.00	9.73	97.3
Fe	100.00	96.60	96.6
Mn	2.00	2.09	104.5

表 3 样品分析测定结果 ($\mu\text{g/g}$)

产地	Cu	Zn	Fe	Mn
南丹	12.91	28.13	259.95	4.84
靖西	4.96	23.85	313.99	7.95
桂林	7.45	22.18	245.80	2.89

3 讨 论

3.1 样品消化的选择

样品的消化是测定准确与否的关键之一, 本文采用湿法对样品进行预处理, 以 HNO_3 — HClO_4 为消化体系, 用 HNO_3 — HClO_4 消化样品关键是控制温度, 维持样品微沸, 并逐渐将消化过程中产生的 NO_2 赶净。

3.2 测量条件的影响

3.2.1 不同灯电流对吸光值的影响

试验表明, 被测元素空心阴极灯灯电流过高, 放电不稳定, 而且易发热, 引起谱线变宽, 导致灵敏度下降^[2], 灯电流过低, 放电也不稳定, 光谱输出稳定性差, 输出强度下降。本实验在保证放电稳定和合适光强输出条件下, 尽量选用较低的工作电流, 得到较好的测定结果。

3.2.2 燃烧器高度对吸光值的影响

在原子吸收光谱中, 燃烧器高度影响测定的灵敏度、稳定性, 这是由于火焰中原子密度不是均匀的, 应使光源发出的光通过火焰原子密度最大的区域, 实验表明, 改变燃烧器的高度测得的吸光值变化较大, 选择适宜的燃烧器高度, 使测定灵敏度提高, 保证分析结果的可靠性。

3.3 长期以来, 何首乌被列为补血药。从实验结果来看, 广西 3 产地的何首乌含铁量较高, 这与其被列为补血药是一致的。

3.4 从表 3 看出, 何首乌由于产地不同, 各元素的含量有差异, 这可能与其生长土壤、气候、地理位置等诸多因素的不同有关, 至于微量元素含量的差异, 是否会引起治疗效果的差异, 有待进一步的探讨。

参 考 文 献

- 1 支正良, 王丽华, 董善士. 原子吸收光谱法测定中药中 11 种金属元素. 中国药科大学学报, 1991, 22 (1): 33
- 2 范 健. 原子吸收分光光度法. 长沙: 湖南科学技术出版社, 1981, 26