

微波消解-ICP-AES法测定五种蒙药中的微量元素

白锁柱¹, 周秀清², 金海燕³

1. 内蒙古民族大学化学化工学院, 内蒙古 通辽 028043
2. 吉林大学测试科学实验中心, 吉林 长春 130023
3. 吉林大学化学学院, 吉林 长春 130012

摘要 将微波消解技术与电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)相结合, 通过对仪器工作条件的优化, 建立了测定蒙药中 Zn, Fe, Ca, Mn, K, Mg, Sr 和 Na 等 8 种元素的微波消解-ICP-AES 法。该方法采用一次溶样, 多元素同时测定, 平均回收率在 92.2%~113.3% 范围, RSD 值在 0.4%~3.2% 范围。为验证方法的准确度, 用该方法对国家标准物质杨树叶(GBW070602)进行了测试, 测定值与标准值相符, 说明该方法结果是可靠的。

关键词 蒙药; 微波消解; ICP-AES 法; 微量元素

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2009)12-3402-03

引言

近年来, 人们在药物生理、药理活性的研究中已经发现微量元素在人体内不仅具有重要的生物活性, 而且还参与人体内各种酶、激素、维生素、核酸等的合成与代谢等过程^[1]。传统蒙药因具有疗效独特和化学毒副作用小等特点在内蒙古地区受到越来越多患者的青睐。但由于其成分较为复杂, 人们还没有很好地认识蒙药成分, 这无疑制约了蒙药新制剂的研制及药效理论的研究。因此, 目前蒙药成分分析已成为蒙医药学研究领域重要的热点问题之一^[1]。众所周知, 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)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^[1,2], 可用于蒙药样品中微量元素的分析测定。本文采用微波消解-ICP-AES 法对五种蒙药中的 8 种微量元素进行了分析测定, 以期对蒙药作用机理的深入研究和进一步开发利用提供参考依据。

1 实验部分

1.1 仪器与主要试剂

ICP/1000 型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 PE 公司); MSP-100D 型微波消解系统(北京雷鸣科技有限公司)。各元素标准储备液: $1 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ (国家标准储备液, GBW), 使用时逐级稀释至所需浓度。杨树叶: 国家一级标准物质(GBW070604, 国家标准物质研究中心提供)。硝酸、盐酸均

为优级纯; 水为二次去离子水。5 种蒙药均由内蒙古民族大学附属医院蒙药房提供。

1.2 样品预处理

将 5 种蒙药样品于 $105 \text{ }^\circ\text{C}$ 下烘干 4 h, 在玛瑙研钵中研细, 备用。准确称取这 5 种蒙药各 0.3000 g , 分别放入 5 个聚四氟乙烯消解罐中, 其中加入 5 mL 浓 HNO_3 和 3 mL H_2O_2 (30%), 加盖密封, 放入微波消解系统内进行微波消解。设定微波输出功率为 350 W 、压强 0.7 MPa 和时间 10 min 。待消解结束, 自然冷却, 定容。同时做空白对照实验。

2 结果与讨论

2.1 仪器的工作条件

为了便于进行多种元素的同时测定, 通过试验优化了仪器的工作条件, 仪器最佳工作条件如表 1 所示。

2.2 元素的分析线与检出限

为选择最佳分析线, 本试验考察了各被测元素的多条灵敏线, 根据元素谱线所受干扰程度, 选择了发射净强度大、信背比高、背景低、共存元素谱线干扰少、强度匹配的谱线为被测元素的分析线。检出限则根据 IUPAC 的规定, 连续测定空白溶液 11 次, 按照 11 次空白值标准偏差的 3 倍进行计算。各元素分析线与检出限见表 2。

2.3 样品测定结果

在上述仪器工作条件下, 分别对音达拉、七雄散、额日顿乌日勒、呼和嘎日迪-9 和阿嘎日-17 等 5 种蒙药样品进行

收稿日期: 2009-01-10, 修订日期: 2009-03-30

基金项目: 内蒙古教育厅高校科研项目(NJ06087)和内蒙古民族大学博士科研启动基金项目资助

作者简介: 白锁柱, 1963 年生, 内蒙古民族大学化学化工学院教授 e-mail: bsz001@yahoo.com.cn

测试, 结果见表 3。

从表 3 可以看出, 测定的 5 种蒙药均富含微量元素, 且含量不一。这些微量元素作为药物成分进入人体如何发挥药效作用, 其机理尚待人们进一步研究^[1]。

2.4 方法的准确度及精密度

为了验证实验结果的可靠性, 本文选取样品中因达拉, 对各种待测元素进行了加标回收率实验, 同时对其精密度进行了考察, 结果见表 4。

Table 1 Operation parameters of instrument

入射功率 /kW	频率 /MHz	冷却气流量 /(L·min ⁻¹)	载气流量 /(L·min ⁻¹)	辅助气流量 /(L·min ⁻¹)	样品提升量 /(mL·min ⁻¹)	观测高度 /mm	积分时间 /s
1.0	27.14	15.0	1.0	1.0	1.0	15	0.1

Table 2 Detection limits and analytical lines of elements determined

元素	Zn	Fe	Ca	Mn	K	Mg	Sr	Na
波长/nm	213.8	238.2	317.9	257.6	766.5	279.5	407.7	589.6
检出限/($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	3.0	3.0	0.1	0.4	70	0.1	0.06	5.0

Table 3 Average content of trace elements in five kinds of Mongolian medicines($n=3$)

样品	元素含量($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)							
	Zn	Fe	Ca	Mn	K	Mg	Sr	Na
音达拉	195.7	3 554.9	20 862.4	80.2	7 942.0	3 161.7	70.7	4 598.8
七雄散	323.6	2 176.1	22 398.6	263.0	4 936.6	2 367.1	636.5	937.6
额日顿乌日勒	20.5	887.2	26 213.8	190.7	2 190.9	1 792.0	297.1	1 560.7
呼和嘎日迪-9	80.6	1 763.7	5 615.6	40.3	2 472.1	1 646.5	37.3	620.7
阿嘎日-17	166.1	451.9	3 411.7	36.8	2 286.7	1 252.9	18.9	2 473.1

Table 4 Recovery and RSD of the method($n=3$)

被测元素	Zn	Fe	Ca	Mn	K	Mg	Sr	Na
平均回收率/%	94.0	105.1	98.4	113.3	97.6	105.7	92.2	95.5
RSD/%	0.9	2.6	1.2	1.1	3.2	0.8	1.5	0.4

由表 4 可以看出, 回收率在 92.2%~113.3% 之间, RSD 值在 0.4%~3.2% 之间, 说明测定结果是可靠的。

2.5 标准样品分析

为进一步验证方法的准确度, 对国家标准物质杨树叶

(GBW070604)中 Zn, Fe, Ca, Mn, K, Mg, Sr 和 Na 等 8 种元素进行了测定, 测定结果见表 5。实验结果表明, 标准物质的测定值与其标准值相符, 进一步说明测定结果是可靠的。

Table 5 Standard values and measured values($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)

被测元素	Zn	Fe	Ca	Mn	K	Mg	Sr	Na
标准值($n=8$)	37	274	1 810	45	13 800	6 500	154	200
测定值($n=8$)	35	288	1 781	51	13 470	6 871	142	191

3 结 论

综上所述, 本文采用微波消解技术对蒙药样品进行了处理, 并利用 ICP-AES 法对 5 种蒙药中微量元素进行了测定。实验结果表明, 所建立的分析方法适于蒙药中 Zn, Fe, Ca, Mn, K, Mg, Sr, Na 等元素含量的测定。测定的五种蒙药中富含人体所需的微量元素, 这些元素是人体生命活动中不可

缺少的。从人体所必需的微量元素来讲, 摄入量不足会出现缺乏症状, 而摄入量过多又会出现中毒反应。因此, 对于作为药物成分进入人体的微量元素应以某一微量元素的量效范围大小加以确定。超出范围, 可能对机体产生不利影响。本实验结果为蒙药药效作用研究和进一步开发利用提供了参考依据。

参 考 文 献

- [1] SUN Lian, CHANG Jun-min, YANG Wen-ju(孙 莲, 常军民, 杨文菊). *Shizhen Medicine and Materia Medica Research(时珍国医国药)*, 2007, 18(9): 2210.
- [2] WU Dong-mei, QU Hai-yun, LU Fei, et al(吴冬梅, 屈海云, 卢 菲, 等). *Journal of Analytical Science(分析科学学报)*, 2007, 23(5): 563.

Determination of Five Kinds of Trace Elements in Mongolian Medicines by Microwave Digestion-ICP-AES

BAI Suo-zhu¹, ZHOU Xiu-qing², JIN Hai-yan³

1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Inner Mongolia University for Nationalities, Tongliao 028043, China

2. Testing Scientific Experimentation Center of Jilin University, Changchun 130023, China

3. College of Chemistry, Jilin University, Changchun 130012, China

Abstract With the combination of the microwave digestion and ICP-AES, and by optimizing the instrument conditions, the microwave digestion-ICP-AES method for the determination of eight metal elements, Zn, Fe, Ca, Mn, K, Mg, Sr and Na, in Mongolian medicines has been established. This method works by determining one solution sample with many kinds of elements at one time. The average recovery of the method is between 92.2% and 113.3% and the RSD is between 0.4% and 3.2%. The accuracy and precision of the method was tested by comparing the values of GBW070602. The determination results were found to be basically consistent with the reference values, which means the test result is reliable.

Keywords Mongolian medicines; Microwave digestion; ICP-AES; Trace elements

(Received Jan. 10, 2009; accepted Mar. 30, 2009)