

新疆不同产地薰衣草中的微量元素测定

符继红*, 史岷山, 高晶

(新疆大学理化测试中心, 乌鲁木齐 830046)

[摘要] 目的:研究新疆不同产地薰衣草样品中 Na, Mg, Fe, Zn, Cu, K, Mn, Cr, Ni 和 Cd 等 10 种微量元素的含量,为薰衣草的进一步研究和综合开发利用提供新的科学依据。**方法:**采用微波消解法处理薰衣草样品,用原子吸收光谱法对薰衣草样品中的 10 种微量元素的含量进行了测定,并进行了加标回收率实验。**结果:**各元素线性关系良好,相关系数在 0.999 0 ~ 0.999 9 呈现良好的线性关系。样品测定结果的相对标准偏差 RSD < 5.14%,各元素的加标回收率在 94.0% ~ 105.0%。新疆伊犁薰衣草中富含对人体有益的微量元素。**结论:**该方法快速、简便、数据准确可靠,结果令人满意。

[关键词] 微波消解; 原子吸收; 薰衣草; 微量元素

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2014)06-0110-04

[doi] 10.11653/syfy2014060110

Determination of Trace Elements in *Lavandula angustifolia* from Different Areas of Xinjiang by AAS

FU Ji-hong*, SHI Min-shan, GAO Jing

(Physics and Chemistry Detecting Center, Xinjiang University, Urumqi 830046, China)

[Abstract] **Objective:** The contents of Na, Mg, Fe, Zn, Cu, K, Mn, Cr, Ni and Cd in *Lavandula angustifolia* from Xinjiang of different regions were determined in order to provide the new scientific evidences for the further studies and comprehensive utilization of *L. angustifolia*. **Method:** The contents of 10 inorganic elements were determined by atomic absorption spectrometry with microwave digestion. And the standard addition recovery experiment was done. **Result:** The results of recovery experiment show that the atomic absorption spectrometry is a quick and easy method for determining; the correlation coefficient of each standard curve was between 0.999 0 and 0.999 9 with good linear relationship; the relative standard deviation (RSD) of each result is less than 5.14%, the recovery rate of each sample was between 94.0% and 105.0%, and the determination results are correct and reliable. The results show that the beneficial elements are richer in the *L. angustifolia* of Xinjiang. **Conclusion:** This method was simple, quick and accurate.

[Key words] microwave digestion; atomic absorption spectroscopy; *Lavandula angustifolia*; trace elements

薰衣草 *Lavandula angustifolia* Mill. 属唇形科薰衣草属多年生亚灌木植物^[1],主产于地中海和欧洲,具有悠久的种植和应用历史。我国薰衣草的主

要栽培地区是新疆的伊犁地区。新疆伊犁的薰衣草种植面积占全国种植面积的 95% 左右,是全国最大的薰衣草种植基地,与法国的普罗旺斯、日本北海道的富良野并称为世界三大薰衣草基地^[2]。薰衣草香味浓郁而柔和,无毒副作用,被广泛的用于香水、护肤品、洗发香波等多种日用化妆品中。此外,薰衣草还是一种传统的维吾尔民族药材,被广泛用于治疗风寒感冒,湿痹关节痛,头疼头晕等疾病^[1],现被《欧洲药典》和《英国药典》等多国药典收载。近几

[收稿日期] 20130508(004)

[基金项目] 新疆维吾尔自治区自然科学基金项目 (2012211A016)

[通讯作者] *符继红,博士,副教授,从事天然产物的研究, E-mail: fjh.518@163.com

年,因薰衣草持续的流行性和良好的商业价值,对其挥发油的提取、应用,及薰衣草中生理活性成分的研究引起关注^[3-4],但对其微量元素的研究却鲜见报道。现代医学已经证明,微量金属元素与人体健康、生长发育、

疾病防治有着密切的关系^[5-7]。因此,测定不同产地薰衣草中微量元素的含量,可以更好的为开发利用新疆地方特色植物薰衣草资源提供重要的参考。

中药材中微量元素的重要性越来越引起研究者的重视,而目前微量元素的检测方法主要是原子吸收法^[8-9]。本文采用微波消解技术消解样品,同时采用原子吸收法对新疆伊犁不同产地的23个薰衣草花序样品中的Na, Mg, Fe, Zn, Cu, K, Mn, Cr, Ni和Cd等10种金属元素的含量进行了测定,为薰衣草药理作用与无机元素的关系和薰衣草资源的深入开发提供了理论依据。

1 实验部分

1.1 仪器、试剂及样品 Z-2000型原子吸收光谱仪。CEM MARS5型微波消解仪,包括微波炉、聚四氟乙烯-四氟乙烯高压消解罐及固定装置。浓硝酸为优级纯,30%过氧化氢、磷酸二氢铵均为分析纯,测定和分析用水均为超纯水。待测元素Na, Mg, Fe, Zn, Cu, K, Mn, Cr, Ni和Cd等10种标准储备溶液质量浓度均为 $1.000\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$,购自国家标准物质研究中心。GBW07602灌木枝叶成分分析标准物质购自上海双博生物科技有限公司。

实验所用薰衣草样品为2012年6~8月间2次采摘的新疆伊犁盛花期薰衣草花序。采摘地点为大量种植薰衣草的新疆伊犁生产建设兵团65团、69团、70团和71团,样品信息见表1。

1.2 仪器工作条件 通过实验考察了待测微量元素的仪器工作条件并分别进行了优化选择。实验中Ni和Cd两个微量元素由石墨炉原子吸收法测定,最佳工作条件如表2。其余8个微量元素由火焰原子吸收法测定,空气流量均为 $15\text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$,最佳工作条件如表3。

1.3 试验方法 薰衣草花序用超纯水洗净,在 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中保持8 h,烘干粉碎后过100目筛,备用。取薰衣草花序试样 0.5000 g 于消解罐中,加入硝酸 5.0 mL ,过氧化氢 2.0 mL ,微波消解加热,功率为 1600 W 。最佳的微波消解条件为:5 min升温至 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持5 min;4 min升温至 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持5 min;5 min升温至 $180\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持10 min。消解完全

表1 薰衣草样品信息

No.	产地	品种	No.	产地	品种
1#	65团1连	C-197(2)	13#	69团2连	French blue
2#	65团2连	French blue	14#	69团3连	French blue
3#	65团3连	French blue	15#	69团6连	H-701
4#	65团4连	C-197(2)	16#	69团11连	French blue
5#	65团6连	French blue	17#	69团11连	H-701
6#	65团6连	C-197(2)	18#	70团4连	H-701
7#	65团8连	French blue	19#	70团6连	H-701
8#	65团8连	C-197(2)	20#	70团7连	H-701
9#	65团11连	French blue	21#	70团8连	French blue
10#	65团11连	C-197(2)	22#	71团4连	French blue
11#	69团2连	French blue	23#	71团4连	H-701
12#	69团2连	H-701			

表2 石墨炉原子吸收工作条件

元素	波长 /nm	灯电流 /mA	灰化温度 / $^{\circ}\text{C}$	原子化温度 / $^{\circ}\text{C}$	基体改进剂
Ni	232.0	7.5	1 200	2 500	1% $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 溶液
Cd	228.8	7.5	400	1 400	5% $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 溶液

表3 火焰原子吸收工作条件

元素	波长 /nm	灯电流 /mA	乙炔流量 / $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$	元素	波长 /nm	灯电流 /mA	乙炔流量 / $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$
Na	589.0	10	2.4	Cu	324.8	7.5	2.0
Mg	285.2	7.5	2.2	K	769.9	10	2.6
Fe	248.3	12.5	2.0	Mn	279.5	7.5	2.2
Zn	213.8	5.0	2.0	Cr	357.9	7.5	2.8

后,将消解液定容至50 mL量瓶中,按仪器工作条件进行测定。同时进行空白对照试验。GBW07602灌木枝叶按照同样方法处理。

2 结果与讨论

2.1 仪器工作条件的选择 石墨炉原子吸收测定过程包括干燥、灰化和原子化3个阶段,其中基体的干扰发生在灰化和原子化阶段。因此,合适的基体改进剂可以显著提高测定的灵敏度。实验选择了磷酸二氢铵为基体改进剂,主要用于提高样品中Ni和Cd的灰化效率和原子化效率。分别进样 $0.005\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的Cd和 $0.1\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的Ni的标准溶液 $20\text{ }\mu\text{L}$,加入相应质量浓度的 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 溶液 $10\text{ }\mu\text{L}$,通过实验考察Ni和Cd灰化温度对吸光度的影响,结果见图1。选取产生最大吸光度的 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 分别作为Cd和Ni的灰化温度。

2.2 回归方程与检出限 按试验方法分别采用水

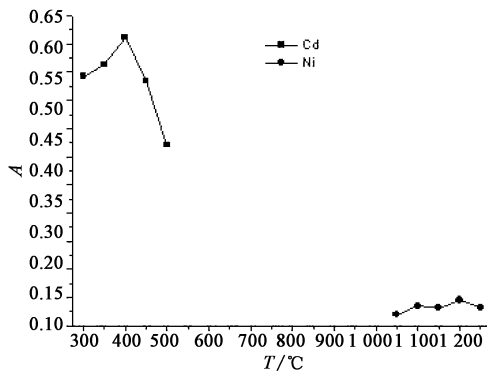


图 1 Cd, Ni 灰化温度对吸光度的影响

和硝酸(1+99)溶液逐级稀释 10 种微量元素的标
准储备液,分别配制各微量元素不同质量浓度的标
准溶液,按 1.2 仪器工作条件进行测定。以 3 倍信
噪比计算检出限。以质量浓度为横坐标,吸收强度
为纵坐标绘制标准曲线。各元素的回归方程、相关
系数、线性范围和最低检出限见表 4。

表 4 线性参数及检出限

元素	回归方程	相关系数	线性范围 /mg·L ⁻¹	检出限 /mg·L ⁻¹
Na	Y = 0.028 70X - 0.000 16	0.999 1	0.5 ~ 20	0.03
Mg	Y = 0.279 46X + 0.001 35	0.999 0	0.1 ~ 2	0.004
Fe	Y = 0.035 01X + 0.000 89	0.999 8	0.4 ~ 24	0.025
Zn	Y = 0.202 18X + 0.001 32	0.999 8	0.1 ~ 4	0.006
Cu	Y = 0.020 41X + 0.000 08	0.999 9	0.1 ~ 20	0.02
K	Y = 0.006 71X + 0.000 02	0.999 4	10 ~ 100	0.4
Mn	Y = 0.201 09X + 0.002 47	0.999 2	0.1 ~ 2	0.005
Cr	Y = 0.024 59X - 0.000 08	0.999 6	0.05 ~ 1	0.01
Ni	Y = 1.405X + 0.002 79	0.999 3	0.01 ~ 0.3	0.003
Cd	Y = 121.31X + 0.002 48	0.999 2	0.000 5 ~ 0.005	0.000 1

2.3 精密度与回收率 为了验证实验方法的准确
度和精密度,选取 1[#]样品(65 团 1 连)薰衣草,称取
5 份做加标回收率实验,按样品处理方法进行处理。
根据样品中各元素的含量分别向样品中加入各标准
溶液,测定含量,计算回收率。并对薰衣草样品溶液
连续测定 6 次,计算各元素的相对标准偏差
(RSD)。结果表明,测定结果具有比较好的准确度
和精密度,各元素的回收率在 94.0% ~ 105.0%,
RSD 为 0.64% ~ 5.14%,结果见表 5。

表 5 加标回收率及相对标准偏差测定(n = 5)

元素	原含量 /μg·g ⁻¹	加入量 /μg·g ⁻¹	测得量 /μg·g ⁻¹	回收率 /%	RSD /%
Na	124.4	100.0	222.7	98.3	2.45
Mg	4 543.4	4 000.0	8 415.5	96.8	0.95
Fe	381.2	300.0	690.3	103.0	0.81
Zn	15.1	10.0	24.7	96.0	2.78
Cu	5.2	5.0	9.9	94.0	0.84
K	8 936.6	8 000.0	17 035.5	101.2	1.73
Mn	8.8	5.0	13.6	96.0	1.12
Cr	7.3	5.0	12.4	102.0	0.64
Ni	4.4	2.0	6.5	105.0	1.31
Cd	100.6	100.0	197.3	96.7	5.14

2.4 样品测定 分别精确称取新疆伊犁各产地的
23 个薰衣草样品各 3 份,处理好样品后在检测条件
下测定各微量元素的含量,计算平均值,结果见表
6。结果表明,新疆伊犁薰衣草中富含对人体有益的
微量元素,其中含量最多的几种元素为 K, Mg, Fe,
Na 和 Zn。检测了 GBW07602 灌木枝叶,检测结果
与标准值吻合,表明方法准确可靠,结果见表 6。

表 6 23 个薰衣草样品各微量元素含量的测定(n = 3)

样品	Na	Mg	Fe	Zn	Cu	K	Mn	Cr	Ni	Cd
1 [#]	124.4	4 543.4	381.2	15.1	5.2	8 936.6	8.8	7.3	4.4	100.6
2 [#]	98.3	4 072.1	784.2	19.6	6.8	8 126.3	21.3	11.8	9.2	115.3
3 [#]	101.6	4 725.0	701.23	17.6	6.3	8 812.5	10.5	12.3	7.6	100.3
4 [#]	74.8	4 617.5	331.4	14.4	4.8	8 962.9	9.1	2.5	1.4	33.2
5 [#]	139.6	4 099.4	570.8	14.4	4.9	8 809.7	14.0	8.0	5.4	34.6
6 [#]	57.2	2 603.5	321.1	14.4	5.5	7 675.1	8.3	1.8	2.8	39.2
7 [#]	49.2	4 507.2	259.4	19.2	6.2	8 817.6	12.7	3.0	1.8	33.8
8 [#]	89.8	4 523.9	351.2	17.6	6.2	8 818.3	9.8	2.1	4.1	38.4
9 [#]	124.4	3 768.9	526.4	14.4	4.5	8 767.8	13.4	6.4	3.6	39.2
10 [#]	265.2	3 791.9	398.8	16.8	4.9	8 876.1	10.8	3.2	3.6	218.4
11 [#]	141.6	4 012.6	468.4	21.4	7.2	8 868.3	9.6	6.3	3.4	18.8

续表 6

样品	Na	Mg	Fe	Zn	Cu	K	Mn	Cr	Ni	Cd
12 [#]	95.2	4 682.9	329.4	20.8	5.9	8 948.3	7.7	3.5	2.8	139.8
13 [#]	173.2	3 815.0	595.2	13.6	4.4	8 791.2	12.8	10.7	5.6	41.8
14 [#]	319.6	4 130.6	469.0	20.8	6.9	9 036.1	9.7	5.5	2.6	15.6
15 [#]	198.8	4 328.6	414.9	27.1	5.1	9 081.1	9.9	2.3	1.2	225.2
16 [#]	153.2	3 990.1	379.4	20.6	7.1	8 191.9	10.1	4.1	3.2	504.9
17 [#]	94.8	4 477.0	339.2	21.6	6.9	8 969.8	8.1	2.1	3.2	243.8
18 [#]	322.3	4 528.1	282.6	20.5	5.3	9 029.3	7.7	2.7	3.2	811.3
19 [#]	200.8	4 327.4	372.2	23.2	6.3	8 706.8	9.3	5.8	4.1	99.8
20 [#]	233.6	5 574.3	510.8	58.2	6.4	8 938.5	9.5	3.8	3.4	56.5
21 [#]	134.5	4 802.5	543.2	17.4	6.6	8 970.7	11.6	9.6	5.6	13.4
22 [#]	2 892.8	3 260.6	295.4	23.8	8.0	9 009.8	10.7	1.7	1.6	22.2
23 [#]	2 019.2	3 442.8	242.8	29.2	6.7	8 824.4	12.4	1.4	1.2	0
GBW07602 检测值	10 231	2 799	983	20.5	5.42	8 839	55.6	2.44	1.9	0.15
GBW07602 标准值	11 000 ± 1 000	2 870 ± 180	1 020 ± 67	20.6 ± 2.2	5.2 ± 0.5	8 500 ± 500	58 ± 6	2.3 ± 0.3	1.7 ± 0.4	0.14 ± 0.06

3 结论

本研究建立了原子吸收光谱仪检测薰衣草中微量元素的分析方法,检测了新疆 3 个品种共 23 个薰衣草花序样本中的 10 种元素的含量。新疆薰衣草中各元素的含量顺序为 $K > Mg > Fe > Na > Zn > Mn > Cu > Cr > Ni > Cd$ 。其中 K, Mg, Fe, Na 和 Zn 含量丰富, Cr, Ni 和 Cd 含量较低。并且不同产地的法国蓝、C-197(2)和 H-701 3 个品种的薰衣草微量元素的含量存在一定的差异性,这可能与新疆不同地区的土壤、气候环境不同有关。现代科学研究已经证明特定状态的微量元素是维持健康和防病治病的重要条件之一。K 元素有利于降低血压,减少心血管疾病,促进糖类的代谢^[10]。Mg 元素具有舒张血管而使血压下降的作用^[11]。Fe 元素有良好的补血功能,还与能量代谢有密切的关系。Zn 元素可以对生物体内的免疫功能起调节作用。同时 Cd 的含量低于国家标准《食品中污染物限量 GB2762-2005》的限量指标,证明了薰衣草的安全性。本研究提供了薰衣草无机元素含量测定的准确数据,为更好的开发与利用薰衣草资源提供了理论依据。

[参考文献]

- [1] 刘勇民. 维吾尔药志(下册)[M]. 乌鲁木齐:新疆科技卫生出版社,1999: 905.
- [2] 游海丽. 伊犁地区薰衣草产业发展现状[J]. 新疆教育学院学报,2007, 23(3): 129.
- [3] Barocelli E, Calcina F, Chiavarini M, et

- al. Antinociceptive and gastroprotective effects of inhaled and orally administered *Lavandula hybrida* Reverchon 'Grosso' essential oil [J]. Life Sci, 2004, 76(2): 213.
- [4] Evandri M G, Battinelli L, Daniele C, et al. The antimutagenic activity of *Lavandula angustifolia* (lavender) essential oil in the bacterial reverse mutation assay[J]. Food Chem Toxicol, 2005, 43(9): 1381.
- [5] 吴冬青,李彩霞,安红钢,等. FAAS 法测定二色补血草中不同部位的金属元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2007, 27(9): 1848.
- [6] 曹治权. 微量元素与中医药[M]. 北京:中国中医药出版社,1993: 85.
- [7] 尹海波,张因,罗宏,等. 不同产地糖牛儿苗无机元素的主成分分析和聚类分析[J]. 中国中药杂志,2010, 35(15):1935.
- [8] 陈磊,刘怡. FAAS 法测定不同产地梔子中微量元素的含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2012,18(3): 90.
- [9] 成娟,胡久梅,李婧,等. 火焰原子吸收光谱法测定山药中微量元素含量[J]. 中国实验方剂学杂志,2012, 18(24):154.
- [10] 黄国清,彭珊珊,欧阳崇学,等. 药食两用花卉中营养元素的光谱测定[J]. 光谱学与光谱分析,2000, 20(3): 376.
- [11] 付志红,谢明勇,章志明,等. ICP-AES 法测定车前子中无机元素[J]. 光谱学与光谱分析,2004, 24(6): 737.

[责任编辑 邹晓翠]