

原子吸收光谱法测定金钱草中金属元素含量

李云龙¹, 胡久梅^{1*}, 胡焯红¹, 江南屏¹, 胡久宏²

(1. 西南交通大学生命科学与工程学院, 成都 610031; 2. 汶川县林业医院, 四川 汶川 623000)

[摘要] 目的: 利用原子吸收光谱法测定金钱草中金属元素含量。方法: 使用 $\text{HNO}_3 \sim \text{HClO}_4$ 体系消解样品, 采用火焰原子吸收光谱法测定 6 种不同来源的金钱草中的 Mg, Fe, Mn, Cu, Zn 5 种金属元素。结果: 金钱草中含有丰富的金属元素, 其含量由高到低依次为 Mg, Fe, Mn, Zn, Cu, 加标回收率在 97.11% ~ 102.94%, 相对标准偏差 ($n=6$) 在 0.83% ~ 3.37%。结论: 建立了原子吸收光谱法测定金钱草中 Mg, Fe, Mn, Cu 和 Zn 元素的含量, 该方法快速, 简便, 灵敏, 结果准确可靠。

[关键词] 金钱草; 金属元素; 原子吸收光谱法

[中图分类号] R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2013)02-0105-03

Determination of metal elements in *Lysimachia christinae* Hance by Atomic Absorption Spectrometry

LI Yun-long¹, HU Jiu-mei^{1*}, HU Xuan-hong¹, JIANG Nan-ping¹, HU Jiu-hong²

(1. School of Life Science and Engineering, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China;
2. Wenchuan Forestry Hospital, Wenchuan 623000, China)

[Abstract] **Objective:** To determine the contents of metal elements in *Lysimachia christinae* H. by FAAS. **Method:** The samples were digested with the $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ system and then the flame atomic absorption spectrometry was adopted to determine the contents of five mental elements (Fe, Mg, Mn, Cu and Zn) in *L. christinae* from six diferent places. **Result:** *L. christinae* contains abundant mental elements. The contents of five mental elements from high to low is Mg, Fe, Mn, Zn and Cu successively. The additional standard recoveries of samples were between 97.11% and 102.94% with RSD ($n=6$) of the range from 0.83% to 3.37%. **Conclusion:** The established method to determine the conetents of Mg, Fe, Mn, Cu and Zn in *L. christinae* was of high sensitivity, good stability, precision and accuracy.

[Key words] *Lysimachia christinae*; metal elements; AAS

[收稿日期] 20120404(003)

[第一作者] 李云龙, 硕士, Tel: 15680791210, E-mail: 578906140@qq.com

[通讯作者] * 胡久梅, 副研究员, 硕导, 从事生物技术制药研究, Tel: 028-87603201, 13808054196, E-mail: biojy@home.swjtu.edu.cn

- [2] 裴静波. 气滞胃痛颗粒治疗气滞型胃痛 32 例[J]. 江西中医药, 2007, 38(1): 40.
- [3] 李晏, 陈渊源, 伊佳, 等. 气滞胃痛颗粒促进胃肠运动和镇痛作用研究[J]. 药学实践杂志, 2009, 27(2): 90.
- [4] 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: 389.
- [5] 吴赛伟, 水文波, 葛志伟, 等. RP-HPLC 法测定气滞胃痛颗粒中 4 种成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2009, 29(8): 1301.
- [6] 张金莲, 何敏, 谢一辉, 等. 高效液相色谱法测定枳壳饮片 中柚皮苷、橙皮苷和新橙皮苷的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(6): 68.
- [7] 雷定超, 鄂秀辉, 张兰兰, 等. HPLC 同时测定糖敏灵丸中 5 种成分的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(13): 70.
- [8] 史蕙, 黄蓓. HPLC 对戊己丸传统汤剂与其复方、配方颗粒汤剂的特征图谱比较[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(21): 86.
- [9] 朱翔, 韩立炜, 马伟辰, 等. 护肝片 HPLC 特征指纹图谱的研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(14): 56.

[责任编辑 顾雪竹]

金钱草为报春花科植物过路黄的干燥全草,味甘、咸,性微寒,具有利湿退黄、利尿通淋、解毒消肿的功效^[1]。中药的药效与其所含的金属元素及其各元素之间的比值有关^[2]。目前对金钱草中化学元素含量的研究已有充分报道,但对其中的金属元素含量的研究尚还不多^[3-5]。金钱草是临床上治疗胆肾结石常用的中药材,深入研究金钱草的金属元素的含量,对进一步探讨药理药效机理具有重要意义。

本文采用浓硝酸与高氯酸混合酸消解金钱草样品,采用火焰原子吸收光谱法测定金钱草中 Mg, Fe, Mn, Cu 和 Zn 元素的含量,为进一步分析金钱草的药效与金属元素的关系提供有价值的参考。

1 材料与方 法

1.1 仪器与试剂 AAAnalyst 800 原子吸收光谱仪(美国 Perkin-Elmer 公司),电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司),KY-PE 型 Mg, Fe, Mn, Cu, Zn 空心阴极灯(北京曙光明电子光源仪器有限公司),ML-1.5-4 型电热板(北京永光明医疗仪器厂),爱科超纯水机(振大水处理器材有限公司)。

Mg, Fe, Mn, Cu, Zn 元素标准溶液均来自国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院配制的标准溶液,所用试剂均为优级纯,实验用水为超纯水。

金钱草样品购于四川省成都市各大药房(蜀康药房、康福隆、和仁荟、同仁堂、太极和新龙飞大药房),样品依次编号为金钱草 1~6 号,经西南交通大学生命科学与工程学院宋良科副教授鉴定均为正品。

2 方法与结果

2.1 样品液制备 将金钱草样品用超纯水清洗干净,置于 80 ℃ 的干燥箱中烘干,粉碎,过筛(60 目)。精密称取金钱草样品粉末 1.0 g 置于 250 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 混合酸(硝酸-高氯酸 4:1),放置过夜(24 h)后,加热消解。先低温加热至棕色烟冒尽后调至高温加热,直至冒白烟,加少量水继续加热赶酸,出现少许白色残渣,将锥形瓶取下后,冷却,转入 50 mL 聚乙烯量瓶中,用 1% HNO₃ 溶液定容,离心,取上清液,得到样品液,待测;用同样方法制得试样空白,待测。

2.2 标准溶液的制备

2.2.1 Fe 标准溶液的配制 取 Fe 标准溶液(1 000 mg·L⁻¹)5 mL 置于 50 mL 聚乙烯量瓶中,用 1% HNO₃ 溶液定容,制得浓度为 100 mg·L⁻¹的 Fe 标准液;再分别取 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 mL 标准液置于

50 mL 聚乙烯量瓶中,用 1% HNO₃ 溶液定容,得到浓度为 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mg·L⁻¹的 Fe 标准系列溶液。

2.2.2 Mg, Cu, Zn 标准溶液的配制 分别取 Mg, Cu, Zn 标准溶液(1 000 mg·L⁻¹)5 mL 置于 50 mL 聚乙烯量瓶中,用 1% HNO₃ 溶液定容,制得浓度为 100 mg·L⁻¹的标准液;再分别取 0.05, 0.10, 0.15, 0.20, 0.25 mL 标准液,置于 50 mL 聚乙烯量瓶中,用 1% HNO₃ 溶液定容,分别得到质量浓度为 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 mg·L⁻¹的 Mg, Cu, Zn 标准系列溶液。

2.2.3 Mn 标准溶液的配制 取 Mn 标准溶液(1 000 mg·L⁻¹)5 mL 置于 50 mL 聚乙烯量瓶中,用 1% HNO₃ 溶液定容,制得质量浓度为 100 mg·L⁻¹的 Mn 标准液;再分别取 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 mL 标准液置于 50 mL 聚乙烯量瓶中,用 1% HNO₃ 溶液定容,得到质量浓度为 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0 mg·L⁻¹的 Mn 标准系列溶液。

2.3 仪器的工作条件 使用 PerkinElmer-AA800 原子吸收光谱仪,选用空气-乙炔火焰,采用线性计算截距法进行测定,仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

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

2.4 标准曲线绘制及回归方程 按表 1 仪器工作条件,分别测定 Mg, Fe, Mn, Cu, Zn 标准系列溶液,采用线性计算截距法绘制标准曲线,得到各元素的回归方程和相关系数,见表 2。

表 2 回归方程及相关系数

元素	回归方程	r
Mg	A = 0.568 8C + 0.003 8	0.999 6
Fe	A = 0.045 0C + 0.002 7	0.999 6
Mn	A = 0.085 7C + 0.001 7	0.999 8
Cu	A = 0.065 87C - 0.000 2	0.999 8
Zn	A = 0.189 8C - 0.000 6	0.999 5

2.5 精密度考察 取 Mg, Fe, Mn, Cu, Zn 浓度分别为 0.4, 2.0, 2.0, 2.0, 0.4 mg·L⁻¹的标准溶液,分别

连续测定6次,并计算RSD分别为0.21%,0.23%,0.41%,0.96%,0.19%。结果表明仪器精密度良好。

2.6 重复性试验 取金钱草4号样品6份,按2.1项下分别制备样品液,在表1仪器工作条件下,分别测定Mg,Fe,Mn,Cu,Zn元素含量,并计算6次测定值的RSD分别为0.96%,1.00%,1.45%,3.68%,3.89%。结果表明该方法重复性好。

2.7 稳定性试验 取测定重复性后的金钱草4号样品液,放置24h后,同法测定Mg,Fe,Mn,Cu,Zn元素含量,测得放置前后样品液中各元素含量基本一致。结果表明样品液室温放置24h基本稳定。

2.8 加标回收试验 取已知含量的金钱草4号样品6份,其中5份分别加入适量的Mg,Fe,Mn,Cu,Zn标准溶液,按照2.1样品液制备方法制备样品液和加标样品液;同时制备试样空白液。在表1的仪器工作条件下平行测定6次,并计算各元素的加标回收率,结果见表3。

表3 5种成分加标回收率($n=6$)

元素	原含量 / μg	加入量 / μg	测定值 / μg	回收率 /%	RSD /%
Mg	2 035.00	1 200.00	3 250.00	101.11	1.51
Fe	1 628.50	400.0	2 040.50	102.94	1.73
Mn	59.80	90.00	147.20	97.11	0.83
Cu	14.75	20.00	34.30	97.75	0.88
Zn	30.00	30.00	59.50	98.33	3.37

2.9 样品测定 按照2.1供试样品液制备方法制备样品液,在表1仪器工作条件下进行测定,其中:测定Fe含量时,样品液需稀释10倍后再测定;测定Mg含量时,样品液需稀释100倍后再测定;测定Zn含量时,样品液需稀释5倍后再测定。样品测定结果见表4。

表4 金钱草样品金属元素含量 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$

No.	Mg	Fe	Mn	Cu	Zn
1	1 880.99	1 356.91	61.00	12.74	27.48
2	2 064.20	1 605.50	76.93	11.88	32.20
3	1 934.42	1 592.00	56.52	15.34	30.49
4	2 090.00	1 609.05	62.10	14.15	30.50
5	1 821.77	1 257.50	56.83	12.00	43.73
6	2 081.67	1 819.77	90.31	11.40	36.73

3 讨论

采用浓硝酸-高氯酸(4:1)混合溶液消解金钱草样品,空气-乙炔火焰原子吸收光谱法测定了金钱草中Mg,Fe,Mn,Cu,Zn的含量,其方法学考查精密度、重复性和稳定性均达到分析要求。该方法快速、简便、灵敏,结果准确可靠。

金钱草含有丰富的金属元素,其含量由高到低依次为Mg,Fe,Mn,Zn,Cu。6种不同产地金钱草中金属元素的含量有差异,可能与品种、产地、气候、水土有关。其中,所测样品中重金属Cu含量符合WM/T2-2004《药用植物及制剂外经贸绿色行业标准》的限量指标($\text{Cu}\leq 20\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$);Mg和Fe元素含量相对较高,可能与其利湿退黄、利尿通淋、解毒消肿的功效有关^[6-7]。金钱草味甘、咸,性微寒可能与其所含Zn和Mn相关^[8-9]。本研究结果可为进一步探讨金钱草的药理药效提供参考。

[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, 2010:204.
- [2] 王懿萍,张小荣,杨巧艳,等. 中药微量元素与药效的关系[J]. 陕西中医, 2006, 27(12): 1573.
- [3] 王淑琴,崔东滨,马倩. 高效液相色谱法测定金钱草中鼠李酮酸- γ -内酯的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2009, 15(5): 17.
- [4] 何羽,薛朝金. 高效液相色谱法测定金钱草颗粒中槲皮素和山奈素的含量[J]. 时珍国医国药, 2006, 17(6): 955.
- [5] 雷灼雨. 反相高效液相色谱法测定金钱草颗粒的含量[J]. 中国药业, 2007, 16(16): 24.
- [6] 张金莲,张文. 金银花中微量元素分析[J]. 微量元素与健康研究, 2004, 21(3): 22.
- [7] 胡烜红,胡久梅,李婧,等. 茯苓中微量元素含量的测定[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(24): 14593.
- [8] 朱胤龙,刘军锋. 微量元素与中药材功效关系的探讨[J]. 陕西中医, 2000, 21(8): 373.
- [9] 魏彩霞,杨静. 浅析中药的作用与其所含微量元素的关系[J]. 陕西中医, 2004, 25(4): 554.

[责任编辑 顾雪竹]