

# FAAS法测定不同产地栀子中微量元素的含量

陈磊<sup>1</sup>, 刘怡<sup>2\*</sup>

(1. 广东药学院中药学院, 广州 510006; 2. 南方医科大学中医药学院, 广州 510515)

**[摘要]** 目的: 考察不同产地栀子中多种微量元素的含量。方法: 运用火焰原子吸收光谱法测定栀子药材中微量元素 Fe, Mn, Ca, Mg, Zn, Cu 的含量。结果: 方法的加样回收率在 95.05% ~ 97.89%, RSD ( $n=6$ ) 在 1.66% ~ 2.87%。结论: 实验建立的检测方法简单、快速、灵敏, 为栀子中微量元素的测定提供了一种可靠方法。

**[关键词]** 栀子; 微量元素; 火焰原子吸收光谱法

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2012)03-0090-03

## Determination of Content of Microelements in Gardenia Fructus with the Method of FAAS

CHEN Lei<sup>1</sup>, LIU Yi<sup>2\*</sup>

(1. Guangdong Pharmaceutical University, Guangzhou 510006, China;  
2. Southern Medical University, Guangzhou 510515, China)

**[Abstract]** **Objective:** To investigate the content of microelement in Gardeniae Fructus from different habitats. **Method:** The content of Fe, Mn, Ca, Mg, Zn, Cu contents in Gardenia Fructus was determined by flame atomic absorption spectrometry (FAAS). **Result:** The results showed that the recovery rate was between 95.05% - 97.89%, the relative standard deviation ( $n=6$ ) was between 1.66% - 2.87%. **Conclusion:** The method was quick, simple with high sensitivity. It is a reliable method for the determination of the microelements in Gardenia Fructus.

**[Key words]** Gardeniae Fructus; microelements; FAAS

现代医学证实, 微量金属元素对人体的新陈代谢、生长发育、疾病的发生和发展起着重要的作用<sup>[1-2]</sup>。研究提示中药的药理活性表现为多种组分的协同效应, 不仅与所含的有机成分有关, 还与微量元素的含量密切相关<sup>[3-4]</sup>。因此对中药材中的微量元素进行研究对揭示中药治病机理具有重要的意义。

栀子为茜草科植物 *Gardenia jasminoides* Eills 的干燥成熟果实, 是常用的大宗药材品种之一, 具泻火除烦, 清热利尿, 凉血解毒的功效。近年来, 国内外

有关栀子的研究主要集中在萜类、色素、黄酮等化学成分及药理活性方面, 有关栀子微量元素的研究较少<sup>[5-6]</sup>。考察不同产地栀子中各微量元素的含量不仅有助于深入了解其药用价值, 而且可为其质量评价以及资源的合理利用提供参考。

### 1 材料

**1.1 仪器** Aanalyst 800 原子吸收分光光度计(美国 PerkinElmer 公司), METTLER AE240 电子分析天平(瑞士), BS210S 型电子天平(北京赛多利斯天平公司), Milli-Q 超纯水发生器(美国密理博公司), MARS-5 微波消解仪(美国 CEM 公司), 铁、锰、钙、镁、锌、铅、镉、铜空心阴极灯, 电热板(浙江星亚电热电器有限公司)。

**1.2 试药** 铁(Fe)、锰(Mn)、钙(Ca)、镁(Mg)、锌(Zn)、铜(Cu)标准液(国家有色金属及电子材料分析测试中心, 批号分别为 GSB04-1726-2004, GSB04-

**[收稿日期]** 20110904(007)

**[第一作者]** 陈磊, 博士, 讲师, 从事中药分析化学与代谢研究, Tel: 020-39352177, E-mail: chenlei0080@163.com

**[通讯作者]** \* 刘怡, 从事中药活性与质量控制研究, Tel: 020-61648257, E-mail: liuyi099@163.com

1736-2004, GSB04-1720-2004, GSB04-1735-2004, GSB04-1761-2004, GSB04-1725-2004), 浓度均为  $1\ 000\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ; 硝酸为优级纯; 过氧化氢为分析纯; 水为超纯水; 氩气为保护气; 玻璃仪器使用之前均用 30% 硝酸浸泡过夜, 用超纯水冲干净后, 烘干, 备用。供试药材编号、产地、名称见表 1。

表 1 供试药材编号、产地、名称

No.	产地	名称	No.	产地	名称
1	河南唐河-1	生栀子	8	福建龙岩-2	生栀子
2	河南唐河-2	生栀子	9	湖南常德	生栀子
3	广西玉林-1	生栀子	10	湖北淅水	生栀子
4	广西玉林-2	生栀子	11	浙江衢州	生栀子
5	江西广丰-1	生栀子	12	浙江	生栀子
6	江西广丰-2	生栀子	13	四川广安	生栀子
7	福建龙岩-1	生栀子	14	贵州	生栀子

## 2 方法

**2.1 供试品溶液的制备** 取各产地栀子药材约 0.3 g, 精密称定, 放入消解管中, 加入硝酸-双氧水 (3:1) 8 mL, 放入微波消解仪中消化约 1 h。选择 4 步梯度升温方式消解, 5 min 内由室温升至 120 °C, 保持 1 min; 3 min 内升至 150 °C, 保持 3 min; 4 min 内升至 180 °C, 保持 25 min。逐渐冷却至室温, 取出消解罐, 用 20 mL 超纯水转移到 100 mL 烧杯中于电热板挥酸至约 1 mL, 放冷, 转移至 50 mL 量瓶中, 定

容至刻度, 作为 Fe, Mn, Mg, Zn, Cu 供试品溶液。精密取上述溶液 5 mL, 置 50 mL 量瓶中, 定容至刻度, 摇匀, 作为 Ca 供试品溶液。同法制得空白溶液。

**2.2 测定条件** Fe, Mn, Ca, Mg, Zn, Cu 利用火焰原子吸收分光光度法进行测定, 工作条件见表 2<sup>[7]</sup>。

表 2 火焰原子吸收仪器工作条件

元素	波长 /nm	狭缝宽度 /nm	灯电流 /mA	空气流量 /L·min <sup>-1</sup>	乙炔流量 /L·min <sup>-1</sup>
Fe	248.3	0.2	7.5	17.0	2.0
Mn	279.5	0.2	7.5	17.0	2.0
Ca	422.7	0.7	7.5	17.0	2.2
Mg	285.2	0.7	8.0	17.0	2.0
Zn	213.8	0.7	15.0	17.0	2.3
Cu	324.8	0.4	15.0	17.0	2.0

**2.3 对照品溶液的制备** 精密量取 Fe, Mn, Ca, Mg, Zn, Cu 标准液 ( $1\ 000\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), 用 0.5% HNO<sub>3</sub> 溶液稀释至  $100\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , 作为储备溶液。分别量取上述储备液, 稀释至表 3 工作曲线浓度。

**2.4 标准曲线的绘制** 按表 2 工作条件用火焰原子吸收光谱法分别测定各标准溶液吸光度, 以吸光度 (A) 为纵坐标, 浓度 (C) 为横坐标, 仪器自动处理数据, 并显示标准曲线。进样的标准品浓度、回归方程、相关系数和线性范围见表 3。

表 3 6 种微量元素工作曲线浓度、回归方程及相关系数

元素	质量浓度/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	回归方程	r	线性范围/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$
Fe	5, 10, 20, 40	$A = 0.005\ 2C - 0.001\ 3$	0.999 5	0 ~ 40
Mn	0.5, 1, 2, 5	$A = 0.010\ 8C + 0.000\ 1$	0.999 2	0 ~ 5
Ca	1, 2, 5, 10	$A = 0.005\ 5C + 0.000\ 7$	0.999 4	0 ~ 10
Mg	1, 3, 5	$A = 0.020\ 9C + 0.001\ 6$	0.999 0	0 ~ 5
Zn	0.4, 0.6, 1, 2	$A = 0.032\ 6C + 0.000\ 5$	0.999 5	0 ~ 2
Cu	0.5, 1, 2, 5	$A = 0.016\ 9C - 0.000\ 6$	0.999 0	0 ~ 5

## 2.5 方法学考察

**2.5.1 精密度的试验** 分别取 Fe, Mn, Ca, Mg, Zn, Cu 元素的标准液, 按 2.3 项下的仪器条件, 连续测定 6 次, 以吸收度计算各 RSD 分别为 2.77%, 2.45%, 2.08%, 2.36%, 2.81%, 2.06%, 2.37%, 表明仪器精密度良好。

**2.5.2 重复性试验** 取同一批号样品, 按 2.1 项下制备供试品溶液, 平行测定 6 次, 求得 Fe, Mn, Ca, Mg, Zn, Cu 含量的 RSD 分别为 2.45%, 2.24%, 2.38%, 2.81%, 2.94%, 2.84%, 2.67%, 结果表明,

本方法重复性较好。

**2.5.3 加样回收率试验** 在已知含量的样品 (取 0.15 g, 精密称定) 中分别加入一定量的 Fe, Mn, Ca, Mg, Zn, Cu 标准溶液, 分别测定其加样回收率, 见表 4。

## 3 结果

不同产地、不同部位栀子药材中的 Fe, Mn, Ca, Mg, Zn, Cu 元素含量测定结果见表 5。

## 4 讨论

本研究初期对 HNO<sub>3</sub> + HCl, HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>,

表 4 微量元素平均回收率试验 (n = 6)

元素	样品含量 /mg·L <sup>-1</sup>	加标量 /mg·L <sup>-1</sup>	测定量 /mg·L <sup>-1</sup>	平均回收率 /%	RSD /%
Fe	0.406	0.400	0.789	97.89	1.66
Mn	0.183	0.200	0.371	96.97	1.85
Ca <sup>1)</sup>	13.280	15.000	27.02	95.55	2.38
Mg	0.781	1.000	1.699	95.39	2.47
Zn	0.072	0.100	0.164	95.35	2.15
Cu	0.348	0.500	0.806	95.05	2.87

注: <sup>1)</sup> Ca 样品含量指第一次定容至 50 mL。

表 5 梔子药材微量元素的含量测定 (n = 3)

No.	Cu	Mn	Mg	Zn	Fe	Ca
1	116.10	61.01	260.2	23.97	135.00	4 427
2	108.30	58.14	229.4	19.98	131.00	3 657
3	104.50	69.59	275.2	19.00	60.08	5 712
4	104.20	61.34	396.4	19.67	83.69	5 965
5	103.80	87.62	220.6	15.90	55.98	4 223
6	95.62	59.56	253.5	14.34	46.48	4 604
7	97.01	59.85	246.6	21.83	35.10	3 854
8	94.24	65.23	298.4	22.80	48.41	4 938
9	103.50	53.61	241.0	17.10	37.71	5 645
10	91.89	54.00	240.2	20.39	71.88	5 143
11	87.60	55.43	293.1	18.29	40.79	5 884
12	84.34	55.33	290.1	15.56	40.52	4 749
13	85.64	54.02	279.8	22.88	43.69	5 691
14	85.42	46.52	217.8	16.07	22.57	5 076

从不同产地样品微量元素测定的结果可以看出:不同产地、不同采收期的药材中微量元素的含量差异较大,以不同产地的差异最为明显,可以反映出微量元素与中药生长的时间、空间有较大联系。不同地区的土壤、气候、水分、矿物质的分布情况,对中药材的质量有一定的影响。因此,从微量元素含量情况开展中药道地性的研究不失为一个重要的研究课题。

本实验建立的火焰原子吸收法测定梔子多种微量元素的方法,方法简单、快速、灵敏,为梔子中微量元素的测定提供了一种可靠方法,为研究为梔子药效与微量元素之间的关系提供有效的数据,同时为梔子药材的质量评价以及资源的合理利用提供了参考。

[参考文献]

[1] 何邦平,陈杰,张欣荣,等. 微量元素与人体健康关系

HNO<sub>3</sub> + HClO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub> + HF 等不同的消解试剂进行了研究。经试验发现 HNO<sub>3</sub> + HCl, HNO<sub>3</sub> + HClO<sub>4</sub> 消解后溶液浑浊,未完全消解; HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, HNO<sub>3</sub> + HF 可以消解完全,溶液澄清,考虑 HF 的强烈刺激性和腐蚀性,因此最后选定了 HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 为消解试剂,消解液配比为 HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (3:1)。

从 14 批不同产地样品检测结果可以看出,梔子中含有丰富的微量元素,特别是 Ca, Mg, Cu 等元素的含量较高,但不同产地间样品中微量元素的含量存在一定差异。

研究的回顾与展望[J]. 生命科学仪器, 2003, 1 (1):41.

[2] 佟苗苗,翟延君,王添敏,等. 不同产地急性子中人体必需微量元素含量测定与分析[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(14):95.

[3] 王懿萍,张小荣,杨巧艳. 中药微量元素与药效的关系[J]. 陕西中医, 2006, 27(12):1573.

[4] 张明昶,麻秀萍,徐文芬. 微量元素与六味地黄丸组方关系研究[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 16(8):100.

[5] 田智勇,于培明,许启泰. 中药梔子的研究进展[J]. 时珍国医国药, 2004, 15(11):782.

[6] 陈雁,张现涛,张雷红,等. 梔子化学成分及药理作用研究进展[J]. 海峡药学, 2010, 22(12):1.

[7] 刘伟,郭兴辉,徐倩,等. 原子吸收光谱法测定不同产地夏枯草中重金属含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(4):53.

[责任编辑 蔡仲德]