

火焰原子吸收光谱法测定鸡内金中的金属元素

胡烜红¹, 胡久宏², 周炳¹, 胡久梅^{1*}

(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鸡内金中金属元素含量。方法: 使用 HNO₃-HClO₄ 体系消解样品, 采用火焰原子吸收光谱法对鸡内金中的 Mg, Fe, Mn, Zn, Cu 5 种金属元素进行测定。结果: 鸡内金样品中含有较丰富的 Mg, Fe, Mn, Zn, Cu。5 种金属元素回收率在 95.27% ~ 104.47%, RSD < 3.53%。结论: 建立了鸡内金药材中金属元素的分析方法, 该方法操作简便, 精密度好, 结果准确可靠。

[关键词] 鸡内金; 金属元素; 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(2011)21-0104-03

Determination of Metal Elements in Galli Gigeriae Endothelium Corneum by Flame Atomic Absorption Spectrometry

HU Xuan-hong¹, HU Jiu-hong², ZHOU Bing¹, HU Jiu-mei^{1*}

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

[Abstract] **Objective:** To determine metal elements in Galli Gigeriae Endothelium Corneum by FAAS. **Method:** The samples were digested with mixed acid of nitric acid-perchlorate. Mg, Cu, Zn, Fe and Mn in Galli Gigeriae Endothelium Corneum were determined by flame atomic absorption spectroscopy. **Result:** Galli Gigeriae Endothelium Corneum was rich in Mg, Fe, Mn, Zn and Cu; recovery rate was 95.27% -104.47% and the relative standard deviation was 3.53% for each element. **Conclusion:** The detection method of metal elements of the Galli Gigeriae Endothelium Corneum is established. The method is rapid, accurate and reliable.

[Key words] Galli Gigeriae Endothelium Corneum; metal elements; flame atomic absorption spectrometry (FAAS)

鸡内金为雉科动物家鸡 *Gallus gallus domesticus* Brisson 的干燥砂囊内壁, 具有健胃消食、涩精止遗、

通淋化石等作用^[1]。随着对中药成分的深入研究, 无机成分尤其是微量元素以及其他金属元素研究日益受到人们重视。微量元素具有多种多样的生理效应, 是构成生命体内许多重要酶的组分, 参与体内许多重要的生理过程, 与许多疾病的发生密切相关^[2-3]。目前对鸡内金氨基酸和蛋白质成分的研究较多, 而对微量元素以及其他金属元素研究分析报道较少^[4-6]。本文采用火焰原子吸收光谱法测定鸡

[收稿日期] 20110610(003)

[第一作者] 胡烜红, 在读硕士, 从事药物生物技术研究, Tel: 13540281071, E-mail: 176139020@qq.com

[通讯作者] * 胡久梅, 副研究员, 硕士生导师, 从事药物生物技术研究, E-mail: biojy@home.swjtu.edu.cn

[11] 中华人民共和国卫生部药政管理局. 全国中药炮制规范[S]. 北京: 人民卫生出版社, 1988: 154.

备工艺研究[J]. 中国中药杂志, 2009, 34(16): 2051.

[12] 中国药典. 一部[S]. 2010: 160, 80.

[责任编辑 蔡仲德]

[13] 钮正睿, 李先端, 顾雪竹, 等. 炮制辅料甘草汁的制

内金中 Mg, Fe, Mn, Zn, Cu 5 种金属元素, 并进行分析比较研究, 为鸡内金进一步的药理药效研究与开发提供科学依据。

1 材料

1.1 样品来源 鸡内金样品购于成都市各大药房, 四川大药房、康福隆大药房、同仁堂、太极大药房、瑞森大药房和德仁堂, 样品依次编号为鸡内金 1 号至 6 号。经西南交通大学生命科学与工程学院胡久梅副研究员鉴定为鸡内金 *Galli Gigeriae Endothelium Corneum*。

1.2 试剂 各种金属元素的标准溶液(质量浓度均为 $1\ 000\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$), 由国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院制备, 浓硝酸(优级纯), 高氯酸(优级纯), 实验用水为超纯水。

1.3 主要仪器 Perkin Elmer-AA800 原子吸收光谱仪(美国 Perkin Elmer 股份有限公司), BS 110S 电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司), ML-1.5-4 可调式电热板(北京永光明医疗仪器厂), AKAKUP-TV-10 超纯水机(振大水处理器材有限公司), Mg, Fe, Mn, Zn, Cu 空心阴极灯(北京曙光电子光源仪器有限公司)。

2 方法与结果

2.1 样品溶液制备 将鸡内金样品用超纯水清洗干净, 置于 $80\ ^\circ\text{C}$ 的干燥箱中烘干, 粉碎, 过筛(60 目)。精密称取鸡内金样品粉末 $2.0\ \text{g}$ 置于 $250\ \text{mL}$ 三角瓶中, 加入 $20\ \text{mL}$ 混合酸(硝酸-高氯酸 4:1), 放置过夜, 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, 出现白色残渣, 加少量水继续加热赶酸, 取下冷却。转入 $50\ \text{mL}$ 聚乙烯量瓶中, 并用 1% 硝酸定容, 摇匀, 得到供试样品液, 待测; 用同样方法制得试样空白溶液, 待测。

2.2 标准溶液的制备

2.2.1 Mg, Cu, Fe 标准溶液的配制 分别取 $5\ \text{mL}$ 浓度为 $1\ 000\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 Mg, Fe, Cu 标准溶液, 置于 $50\ \text{mL}$ 的聚乙烯量瓶中, 用 1% 的 HNO_3 溶液定容, 分别制得质量浓度为 $100\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 Mg, Cu, Fe 标准液; 再分别取 $0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5\ \text{mL}$ 上述配置好的标准液, 置于 $50\ \text{mL}$ 聚乙烯量瓶中, 用 1% HNO_3 定容, 分别得到质量浓度分别为 $1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 Mg, Cu, Fe 标准系列溶液。

2.2.2 Mn 和 Zn 标准溶液的配制 分别取 $5\ \text{mL}$ 浓度为 $1\ 000\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 Mn 和 Zn 标准溶液, 置于

$50\ \text{mL}$ 的聚乙烯量瓶中, 用 1% 的 HNO_3 溶液定容, 分别制得浓度为 $100\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 Mn 和 Zn 标准液; 再分别取 $0.2, 0.4, 0.6, 0.8$ 和 $1.0\ \text{mL}$ 上述配置好的标准液, 置于 $50\ \text{mL}$ 聚乙烯量瓶中, 用 1% HNO_3 定容, 分别得到浓度分别为 $0.4, 0.8, 1.2, 1.6$ 和 $2.0\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 Mn 和 Zn 标准系列溶液。

2.3 仪器工作条件 使用 PerkinElmer-AA800 型原子吸收光谱仪, 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	202.6	17.0	2.0
Fe	20	0.2	248.3	17.0	2.0
Mn	20	0.2	279.5	17.0	2.0
Zn	15	0.7	213.9	17.0	2.0
Cu	15	0.7	324.8	17.0	2.0

2.4 标准曲线绘制及回归方程 按表 1 的工作条件, 测定 2.2 项制备的 Mg, Fe, Mn, Zn, Cu 标准系列溶液, 采用线性计算截距绘制标准曲线, 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
Fe	$A = 0.038\ 1C + 0.002\ 3$	0.999 1
Mg	$A = 0.026\ 5C - 0.000\ 3$	0.999 8
Mn	$A = 0.082\ 2C + 0.000\ 1$	0.999 3
Zn	$A = 0.201\ 3C + 0.001\ 8$	0.999 8
Cu	$A = 0.071\ 8C + 0.000\ 5$	0.999 6

2.5 精密度考察 取 Fe, Mg, Mn, Zn, Cu 质量浓度分别为 $3.0, 3.0, 1.2, 1.2, 3.0\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的标准溶液, 分别连续进样 6 次进行测定, 计算。Fe, Mg, Mn, Zn, Cu 元素精密度测定 RSD 分别为 $0.933\%, 0.684\%, 0.742\%, 0.746\%, 0.640\%$, 结果表明仪器精密度良好。

2.6 重复性试验 取 1 号鸡内金样品 4 份, 按 2.1 项下分别制备样品液, 在表 1 的仪器工作条件下, 测定 Fe, Mg, Mn, Zn, Cu 含量, 并计算 4 次测定的 RSD, Fe, Mg, Mn, Zn, Cu 元素的 RSD 分别为 $1.52\%, 3.69\%, 3.81\%, 2.97\%, 1.85\%$ 。结果表明该方法重复性好。

2.7 稳定性试验 分别取测定重复性后的样品溶液,放置 24 h 后,同法测定 Fe, Mg, Mn, Zn, Cu 含量,其结果基本一致,结果表明样品液在室温下放置 24 h 稳定。

2.8 加样回收试验 取已知含量的鸡内金 1 号样品 6 份,其中 5 份分别加入 Mg, Cu, Mn, K, Zn 标准溶液,按照 2.1 样品溶液制备方法分别制备加标样品液;另一份为原样品,按照 2.1 样品溶液制备方法制备样品液。同时制备试样空白。在表 1 的仪器工作条件下进行测定,并计算各元素的加标回收率。加样回收率结果见表 3。

表 3 5 种元素加样回收率 (n=6)

元素	原含量 /μg	加入量 /μg	测定值 /μg	回收率 /%	RSD /%
Fe	393.25	395.00	799.75	102.91	2.04
Mg	371.75	375.00	761.25	103.87	1.89
Mn	19.35	19.00	39.20	104.47	2.63
Zn	55.85	55.00	108.25	95.27	3.12
Cu	72.25	75.00	145.15	97.20	3.53

2.9 样品测定 按照 2.1 样品溶液制备方法制备样品液,在表 1 的仪器工作条件下进行测定。其中测定 Fe, Mg 的含量时,样品液需稀释 5 倍后再测定。样品测定结果见表 4。

3 讨论

实验结果表明,鸡内金样品中含有丰富的金属元素,其含量 Fe > Mg > Cu > Zn > Mn。这些元素是人体内许多重要酶的组成部分,并参与各种的生理

表 4 鸡内金样品金属元素测定 μg·g⁻¹

鸡内金	Fe	Mg	Mn	Zn	Cu
1 号	197.375	187.625	9.875	27.500	36.175
2 号	672.25	246.625	18.700	38.500	67.400
3 号	450.125	105.275	10.875	20.125	36.250
4 号	181.625	81.775	12.750	30.250	43.425
5 号	717.625	147.000	12.500	22.875	46.550
6 号	185.500	124.250	6.575	31.125	36.300

功能。鸡内金具有健胃消食、涩精止遗、通淋化石等作用可能与这些金属元素相关。本实验采用火焰原子吸收光谱法测定鸡内金中的金属元素含量,操作简单、测定快速、回收率高、结果准确可靠,可供鸡内金药材的金属元素含量测定使用参考。

[参考文献]

- [1] 中国药典.一部[S]. 2010:179.
- [2] 段飞,李发荣,杨建雄.微量元素与中药[J].陕西师范大学学报:自然科学版,2004,32(9):184.
- [3] 陆艳琦.微量元素与人体健康[J].河南教育学院学报:自然科学版,2002,11(4):36.
- [4] 张秀桥,赵刚,陈家春.鸡内金酶解产物氨基酸分析研究[J].中国医院药学杂志,2007,27(7):864.
- [5] 刘其凤,任慧霞.鸡内金蛋白质类成分的提取与测定[J].华西药学杂志,2004,19(4):281.
- [6] 李泽鸿,陈丹,李振华.鸡内金中氨基酸及营养元素含量的测定[J].氨基酸和生物资源,2002(4):20.

[责任编辑 蔡仲德]