

## ICP-AES 法测定蒙药蓝盆花中的微量元素

苏琨<sup>1</sup>, 马强<sup>2</sup>, 盛振华<sup>2</sup>, 李晓晶<sup>3</sup>, 葛尔宁<sup>2</sup>, 苏燕<sup>3\*</sup>

(1. 内蒙古科技大学包头医学院药学院, 内蒙古 包头 014060;

2. 浙江中医药大学分析测试中心, 杭州 310053;

3. 内蒙古科技大学包头医学院基础学院, 内蒙古 包头 014060)

**[摘要]** 目的: 采用微波消解法处理蒙药蓝盆花样品, 电感耦合等离子体原子发射光谱 ICP-AES 法测定其中 Al, As, B, Ba, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, In, Mn, Pb, Sr, Zn 等 14 种微量元素的含量。方法: 选择 ICP 仪器最佳测定条件为射频功率 1.15 kW, 载气流量 1.2 L·min<sup>-1</sup>, 冷却气流量 15 L·min<sup>-1</sup>, 辅助气流量 0.5 L·min<sup>-1</sup>, 积分时间 30 s。结果: 该方法检出限为 0.000 2 ~ 0.006 mg·L<sup>-1</sup>, 回收率 96.6% ~ 110.6%, RSD < 4.29%。结论: 此法简便、快速、灵敏度高、准确性好, 可对多种元素同时测定。

**[关键词]** 电感耦合高频等离子体原子发射光谱; 微量元素; 蒙药; 蓝盆花

**[中图分类号]** R284.1 **[文献标识码]** A **[文章编号]** 1005-9903(2011)08-0096-04

## Determination of Trace Elements in Mongolian Medicinal Plants of Scabiosa by ICP-AES

SU Kun<sup>1</sup>, MA Qiang<sup>2</sup>, SHENG Zhen-hua<sup>2</sup>, LI Xiao-jing<sup>3</sup>, GE Er-ning<sup>2</sup>, SU Yan<sup>3\*</sup>

(1. School of Pharmacology, Baotou Medical College, Inner Mongolia University of Science & Technology, Baotou 014060, China;

2. Analytical Testing Center, Zhejiang Chinese Medical University, Hangzhou 310053, China;

3. Basic Medical College, Baotou Medical College, Inner Mongolia University of Science & Technology, Baotou 014060, China)

**[Abstract]** **Objective:** The samples of Mongolian medicinal plants of *Scabiosa* were analyzed by microwave digestion-inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry (ICP-AES) for content of many trace elements including Al, As, B, Ba, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, In, Mn, Pb, Sr and Zn. **Method:** A mixture of nitric acid and hydrogen peroxide was used for microwave digestion of samples. **Result:** The method exhibited a spike recovery range of 96.6% to 110.6%, with RSDs of less than 4.29%. Under optimized experimental conditions, a simultaneous determination of various trace elements was achieved without any interference among them. **Conclusion:** The findings will provide useful evidences for the better exploration and utilization of Mongolian medicinal plants of *Scabiosa*.

**[Key words]** ICP-AES; trace elements; mongolian medicine; *Scabiosa*

**[收稿日期]** 20101205(001)

**[基金项目]** 教育部科学技术研究重点项目(210039); 内蒙古自然科学基金项目(200711020913)

**[通讯作者]** \* 苏燕, Tel: 0472-7167841, Fax: 0472-7167836, E-mail: synmg@126.com

近年来,蒙药因具有独特疗效而受到越来越多人的青睐,蒙药成分分析也已成为蒙医药学研究领域热点之一。蓝盆花(又名山萝花)蒙药名为陶森-陶日莫,是川续断科蓝盆花属植物窄叶蓝盆花 *Scabiosa comosa* Fisch. Ex Roem. Et Schult 和华北蓝盆花 *S. tschilliensis* Grunning 的干燥花序<sup>[1]</sup>。蓝盆花

作为常用蒙药,具有较好的抗炎、解热等作用。目前对于蓝盆花的化学成分研究主要集中在有机成分上,如有机酸类、黄酮类、糖苷类等化合物<sup>[2-3]</sup>,对蓝盆花的无机成分研究尚未见报道。有研究表明<sup>[4]</sup>,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、核酸等重要生命物质的合成与代谢。

电感耦合高频等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)是近年来发展迅速的一种新兴元素分析手段。由于其具有灵敏度高、相对干扰小、可同时测定多种元素等优点,在中草药元素分析研究中应用十分广泛<sup>[5-9]</sup>。本文采用微波消解-ICP-AES法对蒙药蓝盆花中的微量元素进行了分析测定,以期对蒙药作用机理的研究和深入开发利用提供科学依据。

## 1 材料

蓝盆花样品购于包头市蒙中医院,经内蒙古科技大学包头医学院生药学教研室鉴定为华北蓝盆花 *S. tschilliensis*。样品依次用自来水、蒸馏水、超纯水洗净,80℃条件下烘干,粉碎机粉碎至100目,110℃干燥2h,干燥器储存备用。玻璃器皿均经硝酸浸泡,超纯水洗净待用。

标准储备液:Al, As, B, Ba, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, In, Mn, Pb, Sr, Zn标准溶液均购于环境保护部标准样品研究所。混合标准液:将各元素标准储备液用1%硝酸逐级稀释,配成混合标准液。所用试剂除HNO<sub>3</sub>为优级纯外,其余各试剂均为分析纯,水为超纯水。

iCAP6300型电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国Thermo公司),MARS5微波消解仪(美国CEM公司),Milli-QS超纯水器(美国Millipore公司)。

## 2 方法

**2.1 样品处理** 称取制备的干燥蓝盆花样品粉末样品0.5081g,置于Xpress型微波消解罐中,加入8mL HNO<sub>3</sub>。按程序升温进行微波消解,微波消解程序见表1。

表1 微波消解程序

升温步骤	功率/ W	升温时间/ min	温度/ ℃	保持温度 时间/min
1	800	5	120	2
2	1600	10	180	18

消解完成后,冷却至室温,开罐转移至50mL量瓶中用1%稀硝酸定容。

**2.2 测定条件** iCAP-6300测定参数:射频功率1.150kW,频率27.12MHz,载气流量12L·min<sup>-1</sup>,辅助气流量0.5L·min<sup>-1</sup>,雾化器压力0.2MPa,冲洗泵速50r·min<sup>-1</sup>;积分时间30s;样品测定次数3次;等离子观测方式:垂直观测。

**2.3 测定** 在仪器最佳工作条件下,制作各元素的校准曲线,根据校准曲线对各个样品进行测定。每个试样与空白重复测定3次。

## 3 结果

**3.1 测定波长的选择** ICP-AES法对每个元素的测定都可以同时选择多条特征谱线,光谱仪具有同步背景校正功能,实验中对每个元素选择2~3条谱线进行测定,综合分析强度、干扰情况及稳定性,选择干扰少,精密度好的分析线,结果见表2。

**3.2 标准曲线制备** 将待测元素的标准储备液用1%稀硝酸稀释,配成一系列混合标准工作液(STD<sub>1</sub>, STD<sub>2</sub>, STD<sub>3</sub>, STD<sub>4</sub>, STD<sub>5</sub>, STD<sub>6</sub>),在选定的仪器操作条件下测定,仪器分析软件将自动进行背景校正,以元素质量浓度(X)为横坐标、以发射光强度(Y)为纵坐标,绘制工作曲线,测定结果见表2。

结果表明,各元素在其相应质量浓度范围内线性关系良好,相关系数在0.9988~0.9999,满足分析测试要求。

**3.3 方法检测线和精密度** 将待测样品溶液按照2.2所选定的分析条件下进行测定并计算各元素检出限(LOD),结果见表3。

**3.4 方法准确度** 为验证方法的准确性,对蓝盆花中各种元素做加标回收试验,见表4。结果表明,该方法准确度高,符合测定要求。

**3.5 样品测定** 将待测样品溶液按照1.3.2所选定的分析条件进行测定。结果见表5。

## 4 讨论

蓝盆花的主要功能是清热,清“协日”。临床上常用于肺热,肝热,咽喉热等<sup>[1]</sup>。测定结果表明,蓝盆花中含有Sr, Zn, Cu, Fe, Mn等多种人体必需的微量元素,其中与炎症相关的Zn, Fe, Mn等微量元素含量较高,Zn, Fe, Mn具有明显的抗菌消炎作用<sup>[10-12]</sup>。Zn是许多酶的组成成分,能促进细胞的正常分化,并参与调节机体的免疫功能。Fe与血红蛋

表 2 蓝盆花中微量元素分析谱线及回归方程

元素	波长/nm	STD <sub>1</sub>	STD <sub>2</sub>	STD <sub>3</sub>	STD <sub>4</sub>	STD <sub>5</sub>	STD <sub>6</sub>	线性回归方程	r
		/mg·L <sup>-1</sup>	/mg·L <sup>-1</sup>	/mg·L <sup>-1</sup>	/mg·L <sup>-1</sup>	/mg·L <sup>-1</sup>	/mg·L <sup>-1</sup>		
Al	167.1	0	1	2	3	4	5	$Y = 2.19 \times 10^2 X + 8.45$	0.999 9
As	189.0	0	0.1	0.2	0.2	0.4	0.5	$Y = 2.33 \times 10^3 X + 4.59$	0.999 8
B	249.8	0	1	2	3	4	5	$Y = 2.51 \times 10^4 X + 1960$	0.999 9
Ba	455.4	0	1	2	3	4	5	$Y = 1.11 \times 10^6 X + 4962$	0.999 4
Cd	228.8	0	1	2	3	4	5	$Y = 4.38 \times 10^4 X + 33.1$	0.999 9
Co	228.6	0	1	2	3	4	5	$Y = 2.86 \times 10^4 X - 17.5$	0.999 8
Cu	324.8	0	1	2	3	4	5	$Y = 4.71 \times 10^4 X + 234.0$	0.999 7
Fe	259.9	0	1	2	3	4	5	$Y = 2.97 \times 10^4 X + 233.4$	0.999 8
Hg	184.9	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	$Y = 1.01 \times 10^4 X - 14.99$	0.998 8
In	230.6	0	1	2	3	4	5	$Y = 2.34 \times 10^3 X + 13.85$	0.999 6
Mn	280.3	0	1	2	3	4	5	$Y = 2.10 \times 10^5 X + 151.9$	0.999 7
Pb	220.4	0	1	2	3	4	5	$Y = 5.51 \times 10^3 X + 5.06$	0.999 7
Sr	407.8	0	1	2	3	4	5	$Y = 1.66 \times 10^6 X + 950.6$	0.999 5
Zn	213.9	0	1	2	3	4	5	$Y = 4.52 \times 10^4 X + 421.4$	0.999 6

表 3 各种元素精密度和检出限的测定 (n = 10)

元素	RSD /%	LOD /mg·L <sup>-1</sup>	元素	RSD/%	LOD /mg·L <sup>-1</sup>
Al	1.32	0.006 6	Fe	1.78	0.000 6
As	4.29	0.001 5	Hg	0.29	0.000 3
B	2.86	0.002 4	In	1.59	0.003 9
Ba	1.15	0.000 6	Mn	0.79	0.000 3
Cd	0.14	0.000 3	Pb	0.39	0.001 5
Co	0.45	0.000 3	Sr	0.84	0.000 9
Cu	0.83	0.001 2	Zn	0.13	0.000 3

表 4 各种元素加标回收率测定

元素	测定值 /mg·L <sup>-1</sup>	加标量 /mg·L <sup>-1</sup>	加标试样 测定值 /mg·L <sup>-1</sup>	回收率/%
Al	1.530 1	1.5	3.189	110.6
As	0.002 3	0.01	0.013 3	109.8
B	0.209 7	0.2	0.415 7	103.0
Ba	0.598 6	0.5	1.091	98.5
Cd	0.000 4	0.01	0.011 2	107.2
Co	0.000 8	0.01	0.011 6	108.2
Cu	0.047 2	0.05	0.096 7	99.1
Fe	1.317 1	1.5	2.750	96.6
Hg	0.006 0	0.01	0.015 7	96.9
In	0.006 6	0.01	0.016 4	98.0
Mn	0.150 7	0.15	0.299 5	99.2
Pb	0.003 9	0.01	0.013 9	100.4
Sr	0.008 9	0.01	0.019 1	102.0
Zn	0.205 7	0.2	0.398 1	96.2

表 5 蓝盆花中微量元素测定 (n = 3)  $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$

元素	质量分数	元素	质量分数
Al	150.570 8	Fe	129.910 3
As	0.226 3	Hg	0.590 4
B	20.635 7	In	0.649 5
Ba	58.905 7	Mn	14.8298
Cd	0.039 4	Pb	0.383 8
Co	0.078 7	Sr	76.648 3
Cu	4.644 8	Zn	20.242 1

白的合成相关,还具有解毒和维护机体正常免疫功能的作用,能增强中性粒细胞杀菌及吞噬功能<sup>[13]</sup>。Mn 是超氧化物歧化酶 (superoxide dismutase, SOD) 的主要组成部分,是多种酶活性中心的组成成分,对机体起保护作用,能增强生物的活力延缓衰老<sup>[14-15]</sup>。另外 Sr 也是人体所必需的微量元素,人体中几乎所有的组织都含有 Sr, Sr 与某些元素之间存在着协同、拮抗作用,微妙地影响着心血管、神经、肌肉、细胞膜的功能与结构<sup>[16]</sup>,对机体起着重要作用。因此蒙药蓝盆花清热,清“协日”功能可能与其所含上述微量元素有关。

另外蓝盆花中对人体有害的 Al, Hg, Cd, Pb 等元素的含量也相对较高,尤其以 Al 的含量较高,人体摄入 Al 过量会引起神经系统损伤和老年痴呆症<sup>[17]</sup>,所以建议在临床使用中要注意用药剂量,并

且尽可能尽量避免长期大剂量服用,以免 Al, Hg, Cd, Pb 等有害元素在体内累积影响患者人体健康。

[参考文献]

- [1] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国卫生部药品标准. 蒙药分册[S]. 1998: 52.
- [2] 王俊丽,肖璇,公维镇,等. 药用植物蓝盆花的研究与应用[J]. 中央民族大学学报:自然科学版, 2009, 18(3): 9.
- [3] 韩丹,罗素琴,刘乐乐,等. 蒙药材蓝盆花有效成分的初步研究[J]. 内蒙古医学院学报, 2009, 31(3): 279.
- [4] 孙莲,常军民,杨文菊. 电感耦合等离子体发射光谱法测定芫荽子等3种植物药中微量元素的含量[J]. 时珍国医国药, 2007, 18(9): 2210.
- [5] 孙勇,张金平,杨刚,等. ICP-AES法测定玉米中的微量元素含量[J]. 食品科学, 2007, 28(2): 236.
- [6] 额尔登桑,杭盖巴特尔,巴图,等. 治疗胆石症蒙药苏斯-12中多种元素的 ICP-AES法测定及分析[J]. 光谱学与光谱分析, 2009, 29(4): 1108.
- [7] 额尔登桑,斯钦达来,斯琴巴特尔. 微波消解 ICP-AES法同时测定蒙药新-II中多种微量元素及 Ca/Mg, Cu/Zn 比值的分析[J]. 分析实验室, 2006, 25(10): 68.
- [8] 马强,苏琨,盛振华,等. ICP-AES法研究不同配伍条件下白虎汤中钙离子溶出规律[J]. 中国实验方剂学杂志, 2010, 16(5): 86.
- [9] 谭志强,吴鹏,徐开来,等. ICP-OES法和 ICP-MS法研究中草药中元素的溶出特征[J]. 化学研究与应用, 2008, 20(2): 193.
- [10] 美丽万·阿不都热依木,艾尼娃尔·艾克木,哈吉尼沙,等. ICP-AES法测定维药老鼠瓜中的微量元素含量[J]. 光谱学与光谱分析, 2009, 29(8): 2266.
- [11] 范学森,张新迎,王彩兰,等. 仓颉菊的微量元素含量与功用[J]. 微量元素与健康, 1999, 16(1): 51.
- [12] 额尔登桑,宝音达来,娜仁格日乐. 微波消解 ICP-AES法测定蒙药嘎日迪-13中的多种微量元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2006, 26(11): 2134.
- [13] 郭岚. 环境中的微量元素与人体健康[J]. 甘肃科技, 2005, 21(8): 110.
- [14] 付川,祁俊生. 原子吸收光谱法测定中药中微量元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2003, 23(3): 617.
- [15] 吴拥军,刘洁,吴予明,等. 中药巴戟天多糖的测定及其微量元素分析[J]. 光谱学与光谱分析, 2005, 25(12): 2076.
- [16] 王建科,任永全,陈惠玲,等. 怀牛膝及其不同炮制品中10种微量元素的含量[J]. 微量元素与健康研究, 2003, 20(6): 28.
- [17] 颜世铭. 有害元素与衰老[J]. 广东微量元素科学, 2007, 14(11): 55.

[责任编辑 邹晓翠]