

一次溶样连续测定彝药七底中钙镁铁锌*

陶明, 罗茜, 马金华, 刘洪

(西昌学院 轻化工程学院, 四川 西昌 615013)

【摘要】用原子吸收光谱法测定了彝药“七底”中的Ca、Mg、Fe和Zn元素的含量。结果表明,该方法的相关系数 ≥ 0.9943 ;测定样品的相对标准偏差为2.84%~4.35%;样品的回收率在94%~105%之间,表明该方法准确、可靠。

【关键词】火焰原子吸收光谱法;七底;钙;镁;铁;锌

【中图分类号】O657.31 **【文献标识码】**A **【文章编号】**1673-1891(2011)02-0027-02

随着生命科学的发展,尤其是痕量分析技术的提高和生物学成果的涌现,发现微量元素在与生物分子的有机联系中,常起着关键的调控作用^[1]。对疾病的治疗、预防也起着十分重要的作用,在中草药药效发挥过程中,微量元素的协同作用也是不可忽视的^[2,3],因此中药微量元素的研究逐渐成为新的热点^[4]。

治疗跌打、损伤的药物“七底”是彝族人民特有的民族植物药,具有特定的功效,在彝族民间广泛运用。但是到目前为止,对“七底”的研究还未见报道,本文采用一次溶样连续测定的方法对“七底”中的钙、镁、铁、锌含量进行了测定,发现“七底”中的钙、镁、铁含量均较高,锌含量相对低一些。

1 仪器和试剂

1.1 仪器

WFX—1F2B2型原子吸收分光光度计(北京瑞利分析仪器厂);钙、镁、铁、锌空心阴极灯(北京瑞利分析仪器厂);WX-4000型微波消解仪(上海屹尧分析仪器有限公司)。

1.2 试剂

钙、镁、铁、锌标准溶液:1.000 mg/mL;购自国家标准物质研究中心。使用时稀释至所需浓度。溶样中所用酸为优级纯;其它试剂为分析纯。水为二次石英亚沸蒸馏水。“七底”样品来自于大凉山。

1.3 原子吸收测定条件

本文采用火焰原子吸收光谱法测定。燃气为乙炔,助燃气为空气,其它仪器工作条件见表1:

表1 仪器测定条件

元素	波长 (nm)	灯电流 (mA)	燃烧器高度 (mm)	乙炔流量 (L/min)	空气流量 (L/min)	光谱带宽 (nm)
Ca	422.7	3.0	5.0	1.0	7.0	0.4
Mg	202.5	10.0	5.0	1.0	7.0	0.4
Fe	248.3	6.0	6.0	1.0	7.0	0.2
Zn	213.9	4.0	5.0	0.8	7.0	0.4

2 试验方法

2.1 “七底”的前处理

取干燥的“七底”叶,分别用自来水、去离子水和石英亚沸蒸馏水洗涤后,在80℃烘6h,用研钵研成粉末备用。

2.2 “七底”的消解

本文采用微波消解的方式进行样品消解^[5]。消解时称取“七底”粉末0.2000g于高压微波消解罐中,加入8 mL浓硝酸,按表2所示条件进行微波消解。消解完成后,滴入1~2 mL30%过氧化氢,所得溶液为无色透明或淡黄色。全部转至25 mL容量瓶中,定容得待测液。

表2 微波消解条件

步骤	温度(℃)	压力(MPa)	时间(min)
第一步	100	0.5	4
第二步	120	0.7	4
第三步	150	1.2	4
第四步	210	2.2	8

2.3 工作曲线的绘制

钙、镁:取7个100 mL容量瓶,各加入50.0 μ g/mL的钙标准溶液0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL,50.0 μ g/mL的镁标准溶液0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL,再各加入0.5 mL浓HNO₃,1.00 mL20% SrCl₂溶液,定容,按1.3条件进行测定。仪器显示钙、镁

收稿日期:2011-04-17

*基金项目:四川省教育厅科研项目(项目编号:10ZC040);凉山州科技局科研项目资助(项目编号:2010-34)。

作者简介:陶明(1961-),男,教授,主要从事分析化学和有机化学的教学和科研工作。

的回归方程和相关系数为： $C=25.6A(C: \mu g/mL)$ ， $R=0.9983$ ； $C=21.5A(C: \mu g/mL)$ ， $R=0.9992$ 。

铁、锌：取7个100 mL容量瓶，各加入50.0 μg /mL的铁标准溶液0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL，50.0 μg /mL的锌标准溶液0.0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2 mL，再各加入15 mL HNO_3 ，定容，按1.3条件进行测定。仪器显示铁、锌的回归方程和相关系数为： $C=50.3A(C: \mu g/mL)$ ， $R=0.9943$ ； $C=3.28A(C: \mu g/mL)$ ， $R=0.9965$ 。

2.4 “七底”的测定

2.4.1 测定方法

钙和镁的测定：准确取待测溶液4 mL于50 mL容量瓶中，加入0.5 mL 20% $SrCl_2$ 溶液，定容，按1.3条件进行测定。

铁和锌的测定：直接取待测液按1.3条件进行测定。

2.4.2 测定结果和加标回收率

称取“七底”粉末5份，用微波消解法进行消解，按1.3条件进行测定；另外称取“七底”粉末2份，加入一定量的钙、镁、铁、锌标准溶液后也按同样条件进行测定，其结果见表3。

表3 测定结果与回收试验

元素	测得值	RSD (%)	mg/g		
			加入量	测得总量	回收率 (%)
Ca	9.60	3.89	4.94	14.8	105
Mg	4.54	4.35	4.94	9.41	99
Fe	0.396	2.84	0.494	0.863	95
Zn	0.0497	3.65	0.0494	0.0963	94

3 结论

利用微波消解-原子吸收光谱法测定七底中的钙、镁、铁、锌，具有试剂用量少，干扰小，样品处理快速、简便的特点。测定的精密密度在2.84%~4.35%之间，回收率在94%~105%之间。试验结果表明，七底中钙、镁、铁含量都较高，锌相对低一些。

注释及参考文献：

[1]许永彬.食品中微量元素测定的意义[J].中国医药指南,2008,6(15):237-238.
 [2]王夔主编.生命科学中的微量元素分析与数据手册[M].北京:中国计量出版社,1998.
 [3]傅永怀主编.微量元素与临床[M].北京:中国医药科技出版社,1997.
 [4]王敏,蓝方言,陈颖,等.中药微量元素的研究进展[J].世界元素医学,2005,12(2):17-23.
 [5]陶明,孙国双,刘洪,等.微波消解-火焰原子吸收光谱法测定彝药毒清药中微量元素[J].光谱实验室,2009,26(4):1058-1061.

Continuous Determination of Ca, Mg, Fe and Zn in Qidi after Single Sampling Inspection

TAO Ming, LUO Qian, MA Jin-hua, LIU Hong

(School of Applied and Chemical Engineering, Xichang College, Xichang, Sichuan 615013)

Abstract: The Ca, Mg, Fe and Zn in Qidi were determined by flame atomic absorption spectrometry (FAAS). The result shows that the correlative coefficient of the method is ≥ 0.9943 , the RSD of the method was in the range of 2.84%~4.35%, and recoveries in the range of 94%~105%. The method is accurate and satisfying.

Key words: FAAS; Qidi; Calcium; Magnesium; Iron; Zinc