

doi:10.3969/j.issn.1000-9760.2010.06.005

电感耦合等离子体原子发射光谱法 测定西洋参药材中无机元素含量

隋玉兰

(济宁医学院附属第一人民医院, 山东 济宁 272011)

摘要 **目的** 建立电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)测定西洋参药材中无机元素含量的方法。**方法** 采用 HNO₃ 微波消解西洋参样品,电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定西洋参药材中无机元素含量。**结果** 西洋参样品中,除检测到常规元素外,所含重金属元素铜、镉、铅的限度均符合中国药典标准。用该方法测定元素的相对标准偏差低于 5%,回收率在 95%~105%之间,结果可信度高。**结论** 该方法结果可靠,操作方便,可用于西洋参等中药材的无机元素含量测定。

关键词 电感耦合等离子体发射光谱法;西洋参;无机元素

中图分类号:R927.2 **文献标志码**:A **文章编号**:1000-9760(2011)03-165-02

ICP-AES determination of inorganic elements in Radix Ginseng

SUI Yu-lan

(No. 1 People's Hospital, Affiliated of Jining Medical University, Jining 272011, China)

Abstract **Objective** To establish an ICP-AES method for the determination of inorganic elements in Radix Ginseng. **Methods** American ginseng samples were digested by microwave with HNO₃, and the inorganic elements were assayed by ICP-AES. **Results** In American ginseng samples, in addition to conventional elements detected, the contained heavy metals copper, cadmium and lead limits were in line with the standards of Chinese Pharmacopoeia. For all of the elements analyzed, the relative standard deviations(RSD) were less than 5% and the recoveries of most elements were in the range from 95.0% to 105.0%. **Conclusion** The method is reliable and easy to operate so it can be used for determination of inorganic elements in American ginseng and other Chinese herbal medicines.

Key words: ICP-AES; American ginseng; Inorganic elements

西洋参为五加科植物西洋参 *Panax quinquefolium* L. 的干燥根,具有补气养阴,清热生津的功效。中国药典(2010 版)采用原子吸收光谱仪来测定重金属含量,测量线性范围窄,不同元素使用不同的灯管和不同系列的标准溶液,操作亦繁琐。电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)是以等离子体原子发射光谱仪为手段的分析方法,具有检出限低、分析精度高、线性范围宽等特点,可准确分析含量达到 ppb 级的元素,且可以同时测定多种元素^[1]。植物类样品的消解方法及用电感耦合等离子体发射光谱法测定微量元素的方法均较多^[2-3],但采用微波消解样品、用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)分别对西洋参样品中无机元素含量的测定方法并未见报道。因此本文利用 ICP-

AES 对西洋参样品中无机元素含量的测定方法进行了研究,并建立相对简便、准确的含量测定方法。

1 仪器与试剂

iCAP 6000 SERIES ICP 发射光谱仪(赛默飞世尔科技(中国)有限公司);MWS-3+微波消解系统(德国 BERGHOF 公司),IS09001 电子天平(赛多利斯科学仪器北京有限公司)。混合标准溶液(美国 SPEX 公司提供的多元素混合标准储备液,各金属离子浓度为 1.0g/L)。硝酸为优级纯,水为超纯水。玻璃仪器均经 10% HNO₃ 浸泡过夜,用超纯水清洗。西洋参样品(香港 WG Trading Limited 公司提供)。

2 方法与结果

2.1 测试条件

iCAP 6000 SERIES ICP 发射光谱仪, 高频功率 1.2kW, 观测高度 15mm, 冷却气 15L/min, 净化气 3.5L/min, 载气 1.0L/min, 等离子气 1.2L/min。各元素检测谱线见表 1。

表 1 各元素测定条件

元素	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	Zn	Cd	Pb
检测谱线 (nm)	267.72	257.61	228.616	231.604	324.754	213.875	228.802	220.351

2.2 标准工作溶液的配制

准确吸取 5.0ml 浓度为 1.0g/L 的各元素标准储备溶液, 用 5%硝酸稀释定容至 50ml, 摇匀, 制成浓度为 100μg/ml 的标准使用溶液, 然后根据需要逐级稀释配制各种金属元素相应质量浓度, 作为标准工作溶液系列, 标准曲线见表 2。

表 2 标准曲线

元素	标准曲线方程	r
Cr	Y=45838.80x+344.16	0.999
Mn	Y=171183.09x+91.70	
Co	Y=27364.68x-4.63	
Ni	Y=23605.18x-148.31	
Cu	Y=41851.23x+228.73	
Zn	Y=42283.32x+345.64	
Cd	Y=40588.44x+1.60	
Pb	Y=4923.44x+3.63	

2.3 样品消解处理

微波消解法 精确称取干燥样品 0.500g 于微波消解罐中, 加入 8ml 浓 HNO₃, 待反应平稳后, 盖上罐盖, 置于微波消解仪中, 按照微波消解条件(见表 3)消化样品。待消解完全, 冷却后溶液呈澄清透明, 转移至 50ml 量瓶, 去离子水稀释定容, 备用。同时平行制备 2 份空白, 待测。

表 3 微波消解条件

	微波功率/W	升温时间/min	温度/℃	维持时间/min
1	1600	5.0	120	2.0
2	1600	8.0	185	20.0

2.4 精密度试验和加样回收率试验

将样品平行测定 10 次, 以 3 倍标准偏差作检出限, 结果表明, 各元素的检出限都很低, RSD 均小于 5%。

在测定前向样品溶液中加入一定量的标准溶液, 进行仪器的回收实验, 结果表明, 回收率在 95%~105%, 准确度好(见表 4)。

表 4 精密度和加样回收率试验(n=3)

元素	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	Zn	Cd	Pb
含量(μg/g)	0.11	71.58	0.15	5.75	4.57	16.54	0.04	0.41
RSD(%)	2.25	3.59	1.66	4.20	3.46	4.09	4.17	2.44
加样回收率(%)	98.20	103.05	101.33	100.95	99.04	102.75	101.07	97.36

2.5 样品测定结果

样品经 HNO₃ 微波消解后, 采用 ICP-AES 同时定量测定样品中的 8 种无机元素, 各元素的平均含量见表 5。

表 5 样品的分析结果(n=3)

元素	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	Zn	Cd	Pb
含量(μg/g)	0.11	71.58	0.15	5.75	4.57	16.54	0.04	0.41

中国药典(2010 版)规定, 西洋参重金属含量限度: 铅不得过百万分之 5; 镉不得过千万分之 3; 铜不得过百万分之 20。表 3 结果显示, 西洋参样品铜、镉、铅的含量分别为百万分之 4.57、千万分之 0.4 及百万分之 0.41, 限度均符合中国药典标准。

3 讨论

植物对元素的吸收和积累, 主要由植物本身的生态生物学特性和环境条件所决定。植物获取元素的主要途径是来源于土壤, 土壤中的元素含量差异及生长年限的不同, 都会影响到植物对元素的吸收利用^[4]。本实验所用西洋参样品为美产的 10 年山生西洋参, 从含量测定结果中可以看出, 除检测到常规元素外, 样品所含重金属元素铜、镉、铅的限度均符合中国药典标准。

近年来 ICP-AES 发展迅速, 该设备操作简单快捷, 且检测范围比原子吸收光谱仪大大提高, 因此广泛应用于各个领域元素的分析。该方法结果可靠, 操作方便, 可用于西洋参等中药材的无机元素含量测定。

参考文献:

[1] 石景燕, 李振海. 电感耦合等离子体发射光谱法在化学分析中的应用[J]. 河北电力技术, 2003, 22: 43-44.

[2] 刘文龙, 刘巨辉, 陆小龙, 等. 氢化物发生 ICP-AES 法测定药用植物中的痕量锗[J]. 分析试验室, 1997, 16(3): 90-93.

[3] Zheng Yong-jun, Zhao Bin, You Jin-mao. Determination of Trace Elements in Niu Huang Jie Du Tablets by Microwave Digestion and ICP-AES[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2006, 26(6): 1155-1157.

[4] 袁玉信. 微量元素在植物生活中的作用[J]. 生物学通报, 1996, 31(4): 4-8.

(收稿日期 2011-05-05)