

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES) 测定金鸡胶囊中的7种无机元素

杨艳 吕磊 任树林*

(延安大学化学与化工学院, 陕西 延安 716000)

摘要 建立了测定金鸡胶囊中Ca、Mg、Mn、Fe、Cu、Zn和Sr 7种无机元素含量的分析方法。采用浓硝酸和高氯酸(8+2)的混合酸溶解样品,利用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)对各种元素进行测定。金鸡胶囊含有丰富的对人体有益的无机元素,对待测样品的测定结果表明,Ca、Mg、Fe、Mn、Zn、Sr和Cu的含量分别为16356.00、8525.00、714.30、234.70、52.49、34.69和20.70 $\mu\text{g/g}$ 。各元素的回收率在95.5%~104.8%之间($n=3$),相对标准偏差RSD在1.4%~6.2%之间($n=6$)。该方法简便、快速,测定结果准确可靠,可用于中成药中多元素的同时测定。

关键词 金鸡胶囊;无机元素;电感耦合等离子体原子发射光谱法

中图分类号:0657.31;TH744.1 **文献标识码**:A **文章编号**:2095-1035(2011)04-0054-03

Determination of Seven Inorganic Elements in Jinji Capsules by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)

YANG Yan, LV Lei, REN Shulin*

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Yan'an University, Yan'an, Shanxi 716000, China)

Abstract A method for determination of seven inorganic elements(Ca, Mg, Mn, Fe, Cu, Zn, and Sr) in Jinji Capsules has been developed. The sample was digested by the acid mixture of $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8+2) and then was analyzed by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES). The results showed that there were many kinds of inorganic elements good to human being health in the Jinji capsules. These elements include Ca, Mg, Fe, Mn, Zn, Sr and Cu and their contents were determined as 16356.00, 8525.00, 714.30, 234.70, 52.49, 34.69 and 20.70 $\mu\text{g/g}$, respectively. The recovery ratios for each element determined by standard addition method were in the range between 95.4% and 104.8% ($n=3$); and relative standard deviation (RSD) were in the range between 1.4% and 6.2% ($n=6$). It concluded that the method was simple and rapid, the results were accurate and reliable. It can be used for simultaneous determination of multiple elements in Chinese traditional patent medicine.

Keywords Jinji capsules; inorganic elements; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

收稿日期:2011-09-08 修回日期:2011-10-10

基金项目:陕西省教育厅专项科研基金资助项目(09JK820)。

作者简介:杨艳,女,硕士生,主要从事药物分析研究。

*通信作者:任树林,男,教授,硕士生导师。E-mail:yy402rsl@126.com

1 前言

金鸡胶囊是妇科常用抗炎药,由金樱根、鸡血藤、千金拔、功劳木、两面针、穿心莲等6味中药组成,具有清热解毒、健脾除湿、通络活血的功能。用于附件炎、子宫内膜炎、盆腔炎属湿热下注证者,其质量标准收载于《中华人民共和国卫生部药品标准》^[1]。无机元素是中成药的重要组成部分,分析其中的无机元素,对研究该资源的药效、作用机理和临床应用等具有重要的意义^[2-3]。采用湿法消解 ICP-AES 法测定金鸡胶囊中的7种无机元素的含量,为进一步开发利用金鸡胶囊提供依据。

2 实验部分

2.1 主要仪器与试剂

ICPS-7510 电感耦合等离子体发射光谱仪(岛津国际贸易有限公司)。

各种元素的标准溶液全部按照国家标准物质研究中心的标准溶液配制方法配制^[4];Mg、Ca 和 Sr

的质量浓度为 1.0000 g/L,Fe、Mn、Cu 和 Zn 的质量浓度为 0.1000 g/L;浓硝酸、浓盐酸、高氯酸均为分析纯;实验用水为优普超纯水,以下简称纯水。

金鸡胶囊(广西灵峰药业有限公司,批号 7511015)。

ICP-AES 工作条件:高频发生器功率 1.2 kW,冷却气(Ar)流量 14 L/min,载气流量 0.7 L/min,辅助气流量 1.2 L/min,光谱温度 38 °C。

各元素分析线波长(nm):Mg279.553,Fe259.940,Mn257.610,Cu327.396,Zn213.856,Ca393.366,Sr407.771。

2.2 标准曲线的绘制

为了避免混合标准溶液中阴阳离子的相互反应,将所测定的7种元素分成两组测定。第1组:Ca、Mg 和 Sr;第2组:Mn、Fe、Cu 和 Zn。同样为了与试样溶液的酸度一致,在混合标准系列内都加 5 mL HCl(0.5 mol/L),按 2.1 的工作条件测定。各元素标准溶液的质量浓度、线性回归方程和相关系数见表 1。

表 1 元素配制的混合标准溶液的回归方程

Table 1 Linear regression equations for the standard solutions of element mixtures

| 序号 | 元素 | 标准浓度系列/(mg·L ⁻¹) | 回归方程 | 相关系数(r) |
|-------|----|------------------------------|--------------------|---------|
| 第 1 组 | Ca | 0,0.1,1.0,10.0,100.0 | $Y=429.97X+526.07$ | 0.9986 |
| | Mg | 0,0.1,1.0,10.0,100.0 | $Y=198.66X+198.89$ | 0.9987 |
| | Sr | 0,0.005,0.05,0.5,5.0 | $Y=374.38X+1.4481$ | 1.0000 |
| | Mn | 0,0.005,0.05,0.5,5.0 | $Y=69.051X+0.7493$ | 1.0000 |
| 第 2 组 | Fe | 0,0.01,0.1,1.0,10.0 | $Y=15.056X+0.5157$ | 1.0000 |
| | Cu | 0,0.005,0.05,0.5,5.0 | $Y=5.061X+0.5622$ | 1.0000 |
| | Zn | 0,0.005,0.05,0.5,5.0 | $Y=15.207X+0.5412$ | 0.9999 |

2.3 实验方法

取适量药品,倾出囊内颗粒于烧杯中,置于真空干燥箱,100 °C 烘干至恒质量,冷去后置于干燥器中保存备用。称取金鸡胶囊样品 0.2000 g 至 50 mL 烧杯中,加 10 mL HNO₃-HClO₄ 的混合酸(4+1),密封放置过夜,次日在电热板上加热消解,加热过程中样品逐渐溶解,并且溶液由黄色逐渐变为无色。升高温度继续加热赶走悬浮于烧杯内的 HClO₄,直至烧杯中白烟冒尽,底部溶液近干,取下冷却,加 5 mL HCl(0.5 mol/L),然后加入少量纯水溶解样品,并将溶液转移于 50 mL 容量瓶中,用纯水定容。摇匀后过滤,待测。按同样方法制备样品空白溶液。

3 结果与讨论

3.1 混合酸种类的选择

称取 0.2000 g 样品,分别用 5 mL HNO₃、

HNO₃-H₂O₂、HNO₃-HCl、HNO₃-HClO₄、HNO₃-H₂SO₄(混合酸的体积比均为 4+1)进行消解。结果表明:HNO₃、HNO₃-HCl、HNO₃-H₂O₂ 体系难以完全消解样品,有黄色不溶物存在;HNO₃-H₂SO₄ 由于硫酸的脱水作用,消解完成时变为黑色;而 HNO₃-HClO₄ 体系能完全消解样品。

3.2 试剂用量的选择

研究了 HNO₃-HClO₄ 混合酸体积比为 3+2、4+2、5+2、6+2、7+2、8+2、9+2、10+2 和 11+2 对样品消解效果的影响,结果表明 HNO₃-HClO₄ 体积比为 8+2 时,消解效果最好。

3.3 样品测定

称取金鸡胶囊样品 0.2000 g,平行 6 份,湿法消化后分别测定样品中 Mn、Ca、Mg、Fe、Cu、Zn 和 Sr 7 种元素的含量,结果见表 2。

表2 金鸡胶囊中各元素的测定结果和相对标准偏差($n=6$)Table 2 Testing results of each element in Jinji capsules and RSD ($n=6$)

| 元素 | Mn | Fe | Cu | Zn | Ca | Mg | Sr |
|--|--------|--------|-------|-------|----------|---------|-------|
| 平均值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$ | 234.70 | 714.30 | 20.70 | 52.49 | 16356.00 | 8525.00 | 34.69 |
| RSD/% | 1.8 | 1.8 | 6.0 | 6.2 | 1.9 | 1.4 | 2.6 |

3.4 回收率的测定

在样品中分别加入各元素的标准溶液,在选定

的最佳条件下测定溶液中各元素的含量,测定结果见表3。

表3 回收率的测定结果($n=3$)Table 3 Results of recovery tests($n=3$)

| 元素 | Mn | Fe | Cu | Zn | Ca | Mg | Sr |
|-------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 原含量 | 0.379 | 1.16 | 0.032 | 0.091 | 26.74 | 13.82 | 0.057 |
| 加入量 | 0.400 | 1.00 | 0.060 | 0.100 | 20.00 | 20.00 | 0.100 |
| 测得量 | 0.798 | 2.12 | 0.093 | 0.195 | 45.84 | 33.98 | 0.161 |
| 回收率/% | 104.8 | 96.0 | 101.7 | 104.0 | 95.5 | 100.8 | 104.0 |

4 结语

研究所测定的7种无机元素在人体生命活动中均具有重要生理功能:钙是构成骨骼及牙齿的主要成分;镁是对骨骼、免疫起关键作用的营养元素,对突发性心动过速、心律失常动脉硬化和高血压等均有良好效果^[5];锌被誉为“生命之花”,是人体内多种酶的必须组合,有抗菌、抗菌毒作用;铁是人体发育的建筑材料^[6];锰是多种酶的激活剂,是公认的抗癌元素^[7];铜影响中枢神经系统,同时能促进铁的吸收、转运,对免疫功能具有营养和调节作用^[8];锶是与长寿有关的生命元素,能促进骨骼发育生长,防治、治疗心血管病^[9]。

采用 HNO_3 和 HClO_4 的混合酸(体积比为4+1)消化样品,ICP-AES法同时测定金鸡胶囊中7种无机元素的含量,结果表明,Ca、Mg、Fe、Mn、Zn、Sr和Cu的含量分别为16356.00,8525.00,714.30,234.70,52.49,34.69,20.70 $\mu\text{g/g}$ 。以上结果可为金鸡胶囊中无机元素的含量与药物疗效二者关系的研究提供有用的数据,还可以为该药的临床应用及药物质量评价提供一定的信息。

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[S]. 中药成方制剂第十六册(保护品种分册一),1998.94-95.

- [2] 王继永,王元忠,曾燕,等. 抗癌新药金荞麦中微量元素的光谱测定[J]. 光谱学与光谱分析,2011,31(1):253-255.
- [3] 张万明,曹江峪,李文东,等. 微波消解-紫外分光光度法测定彝药中微量元素硒[J]. 中国无机分析化学,2011,1(3):62-65.
- [4] 潘教麦,李在均,张其颖. 新显色剂及其在光度分析中的应用[M]. 北京:化学工业出版社,2003,239-249.
- [5] 何晋浙,赵培成,张安强,等. 灵芝及其类似品中的20种微量元素的分析研究[J]. 药物分析杂志,2010,30(5):847-852.
- [6] 胡玫,张洪,邹蓉,等. 铁含量测定在慢性胆道疾患中的改变[J]. 微量元素与健康研究,1999,16(3):21.
- [7] 张薇,张卓勇,施燕支,等. 火焰原子吸收光谱法测定山药中多种微量元素[J]. 光谱学与光谱分析,2006,26(5):963-965.
- [8] 汪宝琪,庞志功,曹治权. 关于微量元素药物的研究[J]. 西北药学杂志,1997,12(5):235-236.
- [9] 古丽克孜·阿日甫,阿依古丽·塔西. 新疆维吾尔药材黄花柳花中无机元素的测定[J]. 药物分析杂志,2008,28(11):1880-1882.