

文章编号: 1006-6144(2010)05-0611-03

原子吸收光谱和原子荧光光谱法测定藤茶中微量元素含量

范宝磊^{* 1,3,4}, 张 健², 索有瑞³

(1. 贵州铜仁学院生物科学与化学系, 贵州铜仁 554300;
2. 贵州省地矿局 103 地质队分析测试中心, 贵州铜仁 554300;
3. 中国科学院西北高原生物研究所, 青海西宁 810008;
4. 中国科学院研究生院, 北京 100049)

摘要: 采用微波消解 火焰原子吸收光谱和原子荧光光谱法 对藤茶中 Fe、Na、Zn、Pb、Cr、Co、Ca、Mg、Cd、As 等 16 种微量元素进行了分析测定。该测定方法的回收率在 96%~101% 之间, 相对标准偏差(RSD) 小于 5%。结果表明, 藤茶中富含 Ca、Mg、Fe、Mn、K、Na、Cr、Zn 等对人体有益的微量元素, 同时还含有微量的有害元素 Cd、Pb、Sb, 没有发现 As 和 Hg。

关键词: 藤茶; 微量元素; 原子吸收光谱; 原子荧光光谱

中图分类号: O657.31 **文献标志码:** A

藤茶系葡萄科显齿蛇葡萄属植物 *Ampelopsis grossedentata* (Hand-Mazz) W. T. Wang 的茎叶, 是我国特有的珍稀资源植物, 生长在武陵山区、武夷山脉等地区海拔 200~800 m 的山地上, 主要分布在湖北、湖南、贵州、福建等地, 而贵州主要分布在铜仁地区位于武陵山脉的主峰梵净山南侧的江口和位于梵净山的姊妹山佛顶山的石阡两县。在民间藤茶常用于高血压病、感冒发热、心脑血管疾病等病的预防和治疗, 它是一种天然野生珍稀食药两用植物^[1]。

现代科学研究已证明某些微量元素是维持健康和防病治病的必要条件之一^[2]。目前对藤茶的研究多集中于对藤茶加工工艺及所含有机成分研究^[3~4], 对藤茶中微量元素的研究尚未见报道。微波消解 火焰原子吸收光谱(FAAS) 和原子荧光光谱(AFS) 法测定微量元素的含量具有操作简单、准确和快速等优点^[5~6]。本文采用微波消解和对贵州铜仁地区藤茶中的 Fe、Na、Zn、Pb、Cr、Co、Mg、Cd、As 等 16 种微量元素进行分析, 为更好的开发利用藤茶资源提供重要的参考作用。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

GGX-9 型原子吸收分光光度计(北京地质仪器厂); AFS-2000 型双道原子荧光光度计(北京科创海光仪器有限公司); MD6C-4H 微波消解系统(北京盈安美诚科学仪器有限公司); Fe、Mn、Cu、Na、K、Zn、Pb、Cr、Co、Ni、Ca、Mg、Cd、As、Sb、Hg 空心阴极灯(北京地质仪器厂)。New Human POWER II (Human Corporation) 超纯水机。

HNO₃(优级纯); 30% H₂O₂(分析纯); Fe、Mn、Cu、Na、K、Zn、Pb、Cr、Co、Ni、Ca、Mg、Cd、As、Sb、Hg 标准溶液(核工业北京化工冶金研究院生产)配制成所需的系列浓度。实验用水均为超纯水。

1.2 仪器工作条件

实验中 Fe、Mn、Cu、Na、K、Zn、Pb、Cr、Co、Ni、Ca、Mg、Cd 用火焰原子吸收光谱法测定; As、Sb、Hg

收稿日期: 2010-04-20 修回日期: 2010-06-21

基金项目: 贵州省教育厅重点项目(黔教科 2008096); 铜仁学院基金项目(Tr200803)

* 通讯作者: 范宝磊, 男, 在读博士, 讲师, 主要从事天然药物化学和药物作用机理研究。

用原子荧光光谱法测定。仪器工作条件分别见表 1 和表 2。

表 1 原子吸收光谱的操作条件
Table 1 Working conditions for FAAS

Element	Wavelength (nm)	Bandwidth (nm)	Lamp current (mA)	Carrier gas flow ($L \cdot min^{-1}$)	Acetylene flow ($L \cdot min^{-1}$)	Air flow ($L \cdot min^{-1}$)	Burning height (mm)
Fe	248.3	0.2	6	3	2.3	10	8
Mn	279.5	0.2	5	3	2.0	10	8
Cu	324.8	0.2	4	3	2.0	10	8
Na	589.0	0.2	5	3	2.0	10	8
K	766.5	0.2	5	3	2.0	10	8
Zn	213.8	0.2	5	3	2.0	10	8
Cr	248.3	0.2	5	3	2.5	10	8
Co	240.7	0.2	5	3	2.5	10	8
Ni	232.0	0.2	5	3	2.0	10	8
Ca	422.7	0.2	5	3	2.0	10	8
Mg	283.3	0.2	6	3	2.0	10	8
Pb	285.2	0.2	5	3	2.0	10	8
Cd	228.8	0.2	5	3	2.0	10	8

表 2 原子荧光光谱的操作条件
Table 2 Working conditions for AFS

Element	Wavelength (nm)	Bandwidth (nm)	Lamp current (mA)	Carrier gas flow ($mL \cdot min^{-1}$)	Shielding gas flow ($mL \cdot min^{-1}$)	Burner height (mm)	Negative pressure (V)
As	193.7	0.2	60	300	700	9	300
Sb	217.6	0.2	60	300	700	9	300
Hg	253.6	0.2	60	300	700	9	300

1.3 实验方法

1.3.1 样品预处理 样品分别来自贵州铜仁地区石阡县(藤茶 1)和江口县(藤茶 2)。将一定量的两种藤茶样品清洗、烘干、粉碎、过 80 目筛。准确称取 0.5000 g 样品于 100 mL 消化罐中, 每一样品平行取三份, 加入 6 mL 浓 HNO_3 浸泡 30 min, 加入 2 mL 30% H_2O_2 , 塞好消化罐并放入微波炉中。于 250 W 消解 10 min, 停止反应 5 min; 然后调至 450 W 消解 5 min, 650 W 消解 5 min。冷却后, 打开消化罐在 120℃ 电热板上加热挥发, 蒸至近干后, 转入 50 mL 容量瓶并用超纯水定容作为供试品溶液, 同时做试剂空白。As、Sb、Hg 的消解及微波条件: 每份准确称取 0.5000 g 样品, 置于消化罐中用少量水润湿, 分别加入 3 mL 浓 HNO_3 和 7 mL 30% H_2O_2 后, 同上操作。

1.3.2 样品测定 待测元素分别按表 1、表 2 所列仪器的工作条件测定, 标准曲线法定量。

2 结果与讨论

2.1 精密度和回收率实验

将藤茶样品按上法平行处理 10 份, 取其中 5 份进行精密度实验; 另取藤茶样品加入各种元素标准溶液, 计算回收率, 结果见表 3。结果表明, 测定方法的回收率在 96%~101% 之间, 相对标准偏差(RSD) 小于 5%, 具有比较好的准确度和精密度, 分析结果满意。

表 3 测定方法的相对标准偏差和回收率($n=5$)

Table 3 Relative standard deviation and recovery of the method($n=5$)

Element	Content ($mg \cdot kg^{-1}$)	Added (mg)	Found (mg)	Recovery (%)	RSD (%)	Element	Content ($mg \cdot kg^{-1}$)	Added (mg)	Found (mg)	Recovery (%)	RSD (%)
Fe	89.5	100	180.5	98.9	1.6	Ni	1.00	15.0	27.8	97.5	1.9
Mn	382.5	350	658	99.7	4.2	Ca	8181	3540	7070	99.9	4.9
Cu	7.50	10.0	18.5	97.4	3.5	Mg	2054	1500	2925	100.1	3.6
Na	111	60.0	116	98.3	1.9	Pb	14.0	1.00	1.65	97.1	2.8
K	480	300	576	99.3	5.2	Cd	0.45	0.50	0.94	99	2.0
Zn	34.0	50.0	100	101	3.6	As	0.00	0.50	0.48	96	4.1
Cr	110	10.0	18.9	96.9	4.9	Sb	0.16	0.50	0.65	99	4.5
Co	0.50	0.50	0.97	97	3.2	Hg	0.00	0.50	0.49	98	2.2

2.2 样品分析

样品按 1.3.1 进行预处理后, 按 1.3.2 进行测定, 结果见表 4。结果表明, 铜仁地区藤茶中富含对人体有益的微量元素 Ca、Mg、Fe、Mn、K、Na、Cr、Zn、Co、Ni。其中 Ca 和 Mg 含量最高, Cr 和 Co 微量。有害元素 Cd、Pb、Sb 含量极微, 没有发现 As 和 Hg。两地产的藤茶微量元素含量相差不大, 两者的差异可能与其生长的生态环境有关。

表 4 藤茶中微量元素的含量(mg kg^{-1} , $n=3$)

Table 4 Contents of trace elements in Tengcha(mg kg^{-1} , $n=3$)

Sample	Fe	Mn	Cu	Na	K	Zn	Pb	Cd	Cr	Co	Ni	Mg	Ca	As	Sb	Hg
1	89.5	382.5	7.5	111	480	34	14	0.45	110	5.0	1.0	2054	8181	0.00	0.55	0.00
2	88	376	8.0	112	478	32	13	0.50	108	4.0	1.2	2039	8189	0.00	0.56	0.00

参考文献:

- [1] QIN Li lan(覃骊兰), SH.J. TCM Jun(上海中医药杂志) [J], 2008, 42(6): 94.
- [2] ZHOU Yu shan(周玉珊), ZHANG Xi ling(张西玲), WANG Rong bin(汪荣斌). Spectroscopy and Spectral Analysis (光谱学与光谱分析) [J], 2008, 28(5): 1172.
- [3] CHEN Yu qiong(陈玉琼), LI An qi(李安琪), MENG Yan(孟燕). Journal of Huazhong Agricultural University(华中农业大学学报) [J], 2009, 28(1): 106.
- [4] CHENG Feng gu(成凤桂), OU Zhi yi(欧知义). Journal of South Central University for Nationalities(中南民族大学学报) [J], 2005, 24(2): 19.
- [5] LI Man xiu(李满秀), LIU Xiao qin(刘晓琴). Journal of Analytical Science(分析科学学报) [J], 2009, 25(5): 605.
- [6] FAN Baor lei(范宝磊), ZHANG Jian(张健), WU Zhong zhen(吴仲珍). Journal of Molecular Science(分子科学学报) [J], 2010, 26(1): 62.

Determination of Trace Elements in Tengcha by Flame Atomic Absorption Spectrometry and Atomic Fluorescence Spectrometry

FAN Baor lei^{* 1,3,4}, ZHANG Jian², SUO Your rui³

(1. Department of biochemistry of Tongren College, Tongren 554300; 2. The analysis center of 103 geological team of Guizhou Province, Tongren 554300; 3. Northwest Institute of Plateau Biology, Xining 810008; 4. Graduate University of Chinese Academy Science, Beijing 100049)

Abstract: 16 trace elements in Tengcha were determined by both flame atomic absorption spectrometry (FAAS) and atomic fluorescence spectrometry (AFS) with microwave digestion. Both essential elements such as Ca, Mg, Fe, Mn, K, Na, Cr, Zn and toxic elements such as Cd, Pb, Sb were found in Tengcha, but toxic element of As was not detected. The recovery for the spiked samples are in the range of 96%~101% with relative standard deviation (RSD) of less than 5%.

Keywords: Tengcha; Trace elements; Atomic absorption spectrometry; Atomic fluorescence spectrometry