

文章编号: 1006-446X (2011) 05-0050-05

微波消解/ICP-MS法测定不同地点
虎耳草中16种元素含量陈晨^{1,2} 冀恬¹ 迟晓峰^{1,2} 邵赞^{1*} 陶燕铎¹ 梅丽娟¹

(1. 中国科学院西北高原生物研究所, 青海 西宁 810008;

2. 中国科学院研究生院, 北京 100049)

摘要: 利用微波消解/ICP-MS法对3个地点虎耳草中16种元素进行了含量测定。结果表明, 不同地点虎耳草元素的含量相差较大, 虎耳草中Ca元素与海拔高度呈线性关系。该法的加样回收率在95.3%~105.0%之间, 相对标准偏差在0.98%~2.82%之间, 具有较高的准确度和精确度。结果为虎耳草的药效性和药理毒理提供了理论依据。

关键词: ICP-MS; 元素; 虎耳草

中图分类号: O 657.63 **文献标识码:** A

虎耳草(*Saxifraga stolonifera* Meerb), 为虎耳草科虎耳草属植物, 性味辛、苦、寒, 小毒。具有疏风清热、凉血解毒之功效, 用于风热咳嗽、急性中耳炎、大泡性鼓膜炎、风疹瘙痒等疾病的治疗^[1-3]。作为一种高效灵敏的微量元素测定方法, ICP-MS在中药或天然产物多种微量元素测定中的应用日趋增多^[4-6]。本文以微波消解/ICP-MS法测定了不同产地虎耳草中16种元素含量, 并考察比较了虎耳草的元素含量水平, 以期为虎耳草评价与药效研究提供元素含量的数据支持。

1 实验部分

1.1 试剂、仪器与样品

Agilent ICP-MS 7500型电感耦合等离子质谱仪(Agilent公司, 美国); Milli-Q50型超纯水系统(Millipore公司, 美国); 高压消解罐(浙江正宏公司, 中国)。

HNO₃、H₂O₂(Merke公司); 实验用水均为超纯水(18.2 MQ·cm⁻¹); 待测元素标准使用液(质量浓度均为1 g·L⁻¹)由国家标准物质研究中心提供。

虎耳草药材采用青海省玉树、果洛、大阪山, 经中国科学院西北高原生物研究所梅丽娟高级工程师鉴定为青藏虎耳草(*Saxifraga stolonifera* Meerb), 全株清洗后用去离子水冲洗, 然后自然阴干, 粉碎后备用。

1.2 样品前处理^[7-9]

收稿日期: 2011-01-20

基金项目: 国家科技支撑计划项目(2007BAI45B00)

作者简介: 陈晨(1984—), 男, 安徽省淮北人, 中国科学院西北高原生物研究所硕士研究生。E-mail: chenchen19841014@163.com

*通讯作者: 邵赞(1962—), 女, 中国科学院西北高原生物研究所副研究员, 从事天然药物化学工作。E-mail: shaoyun11@126.com

取虎耳草药材1g于...采取多步控温, 按... 75×10⁵ Pa, 8 min... 近干后转移至50

2 结果与讨论

2.1 仪器工作参数

对ICP-MS电感耦合... 最佳工作参数为: ...

... min⁻¹, 雾化气流量...

... mm, 分析室真空度4.5...

... 分析时间45 s, 停留时...

2.2 标准曲线绘制

按照仪器的最佳工...

... 工作溶液含量范围内...

元素	线性回归
Al	y = 134.2
Ba	y = 431.2
Ca	y = 239.7
Co	y = 537.0
Cr	y = 824.7
Cu	y = 651.4
Fe	y = 128.2
K	y = 932.1

2.3 方法的稳定性实验

精密取样品待测液...

16种元素含量的RSD...

2.4 方法的精密度实验

精密取样品待测液...

的RSD为0.8%~1.7%

2.5 重复性实验

精密取样品待测液...

RSD为1.2%~1.9%

2.6 回收率测定

精密取已知含量的...

耳草药材 1 g 于消解罐中, 加入 5 mL HNO₃ 和 2 mL H₂O₂ 置于微波消解仪中消解, 微波多步控温, 按以下参数进行: (1) 110 ℃, 5.066 25 × 10⁵ Pa, 6 min; (2) 130 ℃, 1.013 25 × 10⁵ Pa, 8 min; (3) 150 ℃, 1.013 25 × 10⁶ Pa, 8 min; 消解后转移至小烧杯中, 水浴 F 后转移至 50 mL 的容量瓶中, 定容待用。

讨论

工作参数

ICP-MS 电感耦合等离子体参数、质谱仪参数和测量参数进行优化选择, 根据试验得到工作参数为: 入射功率 1 300 W, 冷却气流量 13.0 L · min⁻¹, 辅助气流量 1.30 L · min⁻¹, 雾化气流量 0.9 L · min⁻¹, 采样锥孔径 1.0 mm, 截取锥孔径 0.7 mm, 采样深度 8.0 mm, 室真空度 4.54 × 10⁻⁴ Pa, 雾化室温度 2 ℃, 测量方式跳峰, 样品提升速率 0.3 r/min, 5 s, 停留时间 10 ms, 重复 3 次。

曲线绘制

仪器的最佳工作条件分别测定元素的标准液, 绘制标准曲线。结果表明, 所测元素在标含量范围内呈线性关系, 相关系数在 0.999 9 ~ 1.000 0 之间, 测定结果见表 1。

表 1 ICP-MS 测定 16 种元素的线性回归方程和相关系数

线性回归方程	相关系数	元 素	线性回归方程	相关系数
$y = 134.2x + 31.2$	0.999 9	Mg	$y = 271.5x + 11.0$	0.999 8
$y = 431.2x + 64.4$	0.999 4	Mn	$y = 552.7x + 46.7$	0.999 8
$y = 239.7x + 57.1$	1.000 0	Mo	$y = 673.8x + 43.7$	0.999 6
$y = 537.0x + 11.5$	0.999 6	Na	$y = 652.2x + 22.5$	0.999 9
$y = 824.7x + 48.5$	0.999 8	Ni	$y = 491.5x + 78.2$	0.999 9
$y = 651.4x + 23.0$	0.999 9	Pb	$y = 975.2x + 47.9$	0.999 8
$y = 128.2x + 21.4$	0.999 7	Ti	$y = 452.7x + 58.9$	0.999 6
$y = 932.1x + 18.6$	1.000 0	Zn	$y = 562.1x + 95.1$	0.999 9

稳定性实验

样品待测液分别在 0、3、6、9、12 h 后在“2.1”项条件下测定, 结果表明, 待测液量的 RSD 为 1.1% ~ 1.9%, 样品在 12 h 内稳定。

精密度实验

样品待测液, 在“2.1”项条件下连续测定 5 次。结果表明, 待测液 16 种元素含量 RSD 为 0.8% ~ 1.7%, 该法精密度良好。

实验

样品待测液 5 份, 在“2.1”项条件下测定。结果表明, 待测液 16 种元素含量的 RSD 为 0.8% ~ 1.9%, 该法重复性良好。

测定

已知含量的样品 5 份, 加入适量的混合对照品溶液, 混合均匀后, 按照“2.1”项条