

# 微波消解/ICP-MS法测定不同地点三种马先蒿16种元素

赵晓辉<sup>1,2</sup>, 李玉林<sup>1</sup>, 徐文华<sup>1</sup>, 孙菁<sup>1</sup>, 陈桂琛<sup>1</sup>

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法对三种马先蒿中16种元素进行了含量测定, 该方法的加样回收率在95%~102%之间, 相对标准偏差在1.24%~2.18%之间, 具有较高的准确度和精确度。结果表明不同种马先蒿各元素的含量均有所不同, 而且不同种马先蒿中各元素与海拔有不同的线性关系。实验结果为马先蒿的药效性和药理、毒理提供理论依据。

**关键词** ICP-MS; 元素; 马先蒿

中图分类号: O657.3 文献标识码: A DOI: 10.3964/j.issn.1000-0593(2012)05-1384-03

## 引言

马先蒿是玄参科马先蒿属植物的总称, 属多年生草本植物, 为双子叶植物中大属之一, 分布于北半球, 尤以北极和近北极地区最多, 温带的高山地带亦不少, 广布于全国各省, 西南部尤盛。该属植物在青海省境内分布较广, 有许多种类可入药, 其中斑唇马先蒿、甘肃马先蒿、阿拉善马先蒿都是传统的藏药材。马先蒿属药材多具有清热解毒、利尿、保肝、抗氧化、抗衰老等药效<sup>[1-3]</sup>。ICP-MS测定元素含量简便快速、灵敏度高, 在中药或天然产物微量元素含量测定中的应用越来越多<sup>[4-6]</sup>。本文以微波消解/ICP-MS法测定三种马先蒿中16种元素的含量, 比较青海境内不同地区、不同海拔、不同种马先蒿元素的含量及差异, 为玄参科马先蒿属药用植物的开发利用提供矿质元素方面的数据支持。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂与仪器、样品

mp6c-6h微波消解处理系统, 北京盈安美诚科学仪器有限公司; Agilent ICP-MS 7500 电感耦合等离子质谱仪, 美国Agilent公司; UPTH-20超纯水机, 成都优普净化科技有限公司; 元素标准液购自国家标准物质中心。马先蒿药材: 共3个种, 即为斑唇马先蒿、甘肃马先蒿、阿拉善马先蒿, 采自青海省境内, 见表1, 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, 全草去离子水清洗, 自然阴干, 粉碎

后过40目筛备用。

Table 1 Sample information

编号	样品名称	采样地点	海拔/m
1	斑唇马先蒿	玉树	4 200
2	斑唇马先蒿	果洛	3 800
3	斑唇马先蒿	青海湖	3 000
4	甘肃马先蒿	玉树	4 200
5	甘肃马先蒿	果洛	3 800
6	甘肃马先蒿	青海湖	3 000
7	阿拉善马先蒿	玉树	4 200
8	阿拉善马先蒿	果洛	3 800
9	阿拉善马先蒿	青海湖	3 000

### 1.2 样品前处理

精确称取9份马先蒿药材样品各1g置于消解罐中, 加入5 mL HNO<sub>3</sub>和2 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>置于微波消解仪中, 按以下参数进行(1)110 °C, 5.067 14×10<sup>5</sup> Pa, 6 min; (2)130 °C, 7.092 75×10<sup>5</sup> Pa, 8 min; (3)150 °C, 1.013 25×10<sup>6</sup> Pa, 8 min; 消解结束后, 水浴除酸, 定容至50 mL待测。

### 1.3 ICP-MS工作参数

优化选择ICP-MS的各项参数, 最终选择仪器最佳工作参数设定为: 功率1 350 W, 冷却气流量14.0 L·min<sup>-1</sup>, 辅助气流量1.0 L·min<sup>-1</sup>, 载气流量1.0 L·min<sup>-1</sup>, 进样速度0.4 mL·min<sup>-1</sup>, 采样锥孔径1.0 mm, 截取锥孔径0.5 mm, 采样高度8.0 mm, 测量方式B10或B11, 雾化气流量0.9 L·min<sup>-1</sup>, 雾化室温度2 °C, 样品提升速率0.3 rps,

收稿日期: 2011-03-14, 修订日期: 2011-07-06

基金项目: 国家科技支撑计划项目(2007BAC30B04)资助

作者简介: 赵晓辉, 1979年生, 中国科学院西北高原生物研究所工程师 e-mail: hizhaoxh@163.com

分析时间 45 s, 停留时间 10 ms, 重复 3 次。

## 2 结果

### 2.1 标准曲线绘制

按照 1.3 项分别测定 16 种元素的标准溶液, 绘制标准曲线, 结果列表于表 2。

Table 2 Equation and correlation coefficient

元素	相关方程	相关系数	元素	相关方程	相关系数
Al	$Y=134.2x+31.2$	0.999 9	Mg	$Y=271.5x+11.0$	0.999 8
Ba	$Y=431.2x+64.4$	0.999 4	Mn	$Y=552.7x+46.7$	0.999 8
Ca	$Y=239.7x+57.1$	1.000 0	Mo	$Y=673.8x+43.7$	0.999 6
Co	$Y=537.0x+11.5$	0.999 6	Na	$Y=652.2x+22.5$	0.999 9
Cr	$Y=824.7x+48.5$	0.999 8	Ni	$Y=491.5x+78.2$	0.999 9
Cu	$Y=651.4x+23.0$	0.999 9	Pb	$Y=975.2x+47.9$	0.999 8
Fe	$Y=128.2x+21.4$	0.999 7	Ti	$Y=452.7x+58.9$	0.999 6
K	$Y=932.1x+18.6$	1.000 0	Zn	$Y=562.1x+95.1$	0.999 9

### 2.2 方法的准确度、精密度、重复性和加样回收率

为了考察方法的准确度、精密度、重复性和加样回收率, 对样品做了准确度、精密度、重复性和加样回收率实验, 这 16 种微量元素准确度、精密度、重复性的 RSD 分别是 1.26%, 1.34%, 1.95%, 回收率在 95%~102% 之间, RSD 在 1.24%~2.18%, 说明方法良好。

### 2.3 样品含量的测定

样品含量测定方法同 1.3 项, 每个样品平行测定 5 次, 取平均值。结果见表 3。

Table 3 Result of sample

元素	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9
Al	37.44	20.76	29.07	15.51	34.98	19.01	16.82	32.07	24.96
Ba	0.19	0.31	0.15	0.18	0.25	0.45	0.16	0.11	0.26
Ca	363	108	284	81.77	480	128.4	81.76	387.98	254.95
Co	0.05	0.06	0.09	0.02	0.07	0.01	0.03	0.02	0.02
Cr	0.03	0.76	0.46	0.49	0.56	0.76	0.49	0.34	0.23
Cu	0.12	0.54	2.9	0.11	1.21	0.76	0.14	2.08	1.94
Fe	45.69	23.97	35.78	15.85	52.96	24.75	16.13	17.09	24.92
K	240	310	360	330	360	280	277	257	340
Mg	50.80	32.97	65.32	29.53	41.76	43.98	31.13	32.95	43.75
Mn	2.36	2.01	3.21	0.65	1.53	1.11	1.95	2.59	2.02
Mo	0.16	0.37	0.04	0.21	0.12	0.54	0.12	0.34	0.26
Na	38.83	25.89	34.96	13.53	49.24	17.97	16.07	9.85	14.38
Ni	0.75	0.89	1.71	1.43	1.05	1.24	1.92	2.08	1.64
Pb	0.02	0.04	0.01	0.01	0.08	0.03	0.06	0.04	0.02
Ti	1.08	2.65	0.57	0.52	1.57	1.32	0.44	0.89	0.75
Zn	0.46	0.83	0.67	0.38	1.23	1.04	0.31	0.86	0.99

## 3 讨论

从表 3 可以看出, 斑唇马先蒿、甘肃马先蒿、阿拉善马

先蒿中各元素平均含量大小的顺序分别为  $K > Ca > Mg > Fe > Na > Al > Mn > Ti > Cu > Ni > Zn > Mo > Cr > Ba > Co > Pb$ ,  $K > Ca > Mg > Fe > Na > Al > Ni > Ti > Mn > Zn > Cu > Cr > Ba > Mo > Pb > Co$ ,  $K > Ca > Mg > Al > Fe > Na > Mn > Ni > Cu > Zn > Ti > Cr > Mo > Ba > Pb > Co$ , 从三种不同种马先蒿各元素含量分析结果显示, 大量元素含量规律基本一致, 微量元素含量不同。

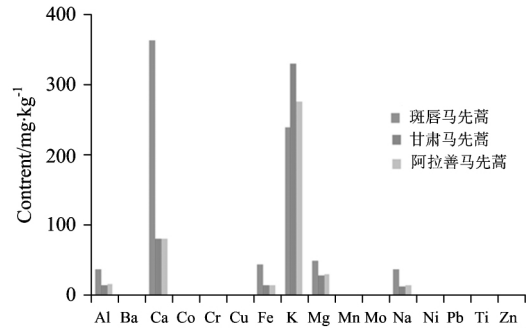


Fig 1 Trend of elements in different kinds of *Pedicularis* at altitude of 4 200 m

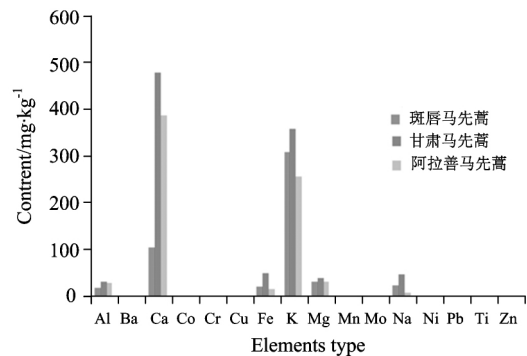


Fig 2 Trend of element in different kinds of *Pedicularis* at altitude of 3 800 m

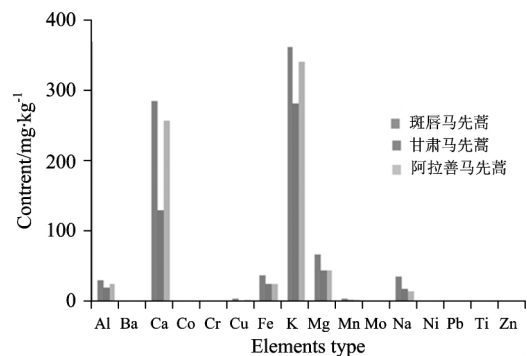


Fig 3 Trend of element in different kinds of *Pedicularis* at altitude of 3 000 m

在斑唇马先蒿中 Co, Cu, K, Ni 与海拔呈线性关系, 它们的相关系数分别为  $-0.995 8$ ,  $-0.981 4$ ,  $-0.608 9$ ,  $-0.980 4$ ,  $R^2$  分别为 0.99, 0.96, 0.96, 0.92, 甘肃马先蒿中 Ba, Co, Mo 与海拔呈线性关系, 它们的相关系数分别为

-0.996 7, -0.986 7, -0.858 5,  $R^2$  分别为 0.99, 0.99, 0.73, 阿拉善马先蒿中 Cr, Fe, K, Mg, Pb, Zn 与海拔呈线性关系, 它们的相关系数分别为 0.961 4, -0.972 8, -0.980 1, -0.980 1, 0.981 9, -0.861 4,  $R^2$  分别为 0.92, 0.94, 0.71, 0.96, 0.96, 0.74。其他元素与海拔均未见线性关系。

由图 1—图 3 看出, 在海拔 4 200 m 时, 斑唇马先蒿的 16 种元素含量最高, 在海拔 3 800 m 时, 甘肃马先蒿的 16 种元素含量最高, 在海拔 3 000 m 时, 阿拉善马先蒿的 16 种元

素含量最高。

微量元素在生命活动中具有特别的重要的生理功能。如 Co 参与核酸、胆碱的合成与脂肪与糖代谢, Cr 提高胰岛素的敏感性、调节血脂紊乱、预防心脏病等<sup>[6-10]</sup>。随着人们对微量元素生理活性的了解, 中草药中的微量元素种类和含量测定越来越受到研究者的重视。本文测定了三种马先蒿中的 16 种矿质元素的含量, 这些实验结果为马先蒿的药效性和药理毒理提供理论依据。

## References

- [ 1 ] Flora of China Editorial Committee (中国科学院中国植物志编辑委员会). Flora of China(中国植物志). Beijing: Science Press(北京: 科学出版社), 1963.
- [ 2 ] Institute of Biology in Qinghai(青海省生物研究所). Field Guide to Tibetan Medicines(青藏高原药物图鉴). Xining: Qinghai People Publishing House(西宁: 青海人民出版社), 1972.
- [ 3 ] Jiangsu New Medical College(江苏新医学院). Dictionary of Chinese Medicine(中药大辞典). Shanghai: Shanghai People Publishing House(上海: 上海人民出版社), 1997.
- [ 4 ] LEI Lian-di, OUYANG Li, LIU Ya-qiong, et al(雷连娣, 欧阳荔, 刘雅琼, 等). China Journal of Chinese Materia Medica(中国中药杂志), 2008, 33(3): 32.
- [ 5 ] SHAO You-yan, CAI Bi-shuang, LIN Ji-yun, et al(邵幼岩, 蔡碧双, 林纪昀, 等). China Journal of Chinese Materia Medica(中国中药杂志), 2007, 32(19): 57.
- [ 6 ] WEN Hui-min, HUO Yan-shuang, ZHANG Yuan-yuan, et al(温慧敏, 霍艳霜, 张园园, 等). Journal of Shenyang Pharmaceutical University(沈阳药科大学学报), 2007, 24(12): 40.
- [ 7 ] LIANG Qi-feng(梁奇峰). Guangdong Weilinag Yuansu Kexue(广东微量元素科学), 2006, 13(2): 67.
- [ 8 ] ZHANG Xiao-ling, LIU Jian, HUANG Hong, et al(张晓玲, 刘建, 黄宏, 等). International Journal of Stomatology(国际口腔医学杂志), 2008, 35(1): 29.
- [ 9 ] WANG Qiu-xia(王秋霞). Studies of Trace Elements and Health(微量元素与健康研究), 2003, 20(6): 62.
- [ 10 ] SHI Yong-mei(施咏梅). Chinese Journal of Clinical Nutrition(中国临床营养杂志), 2004, 12(1): 66.

## Determining of the Content of Determination of Elements of *Pedicularis* from Different Places by ICP-MS after Micriware-Assisted Digestion

ZHAO Xiao-hui<sup>1,2</sup>, LI Yu-lin<sup>1</sup>, XU Wen-hua<sup>1</sup>, SUN Jing<sup>1</sup>, CHEN Gui-chen<sup>1</sup>

1. Northwest Institute of Plateau Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810008, China

2. Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

**Abstract** The content of elements in *Pedicularis* was determined by ICP-MS aftermicriware-assisted digestion. Recovery and RSD of the method is 95%~102% and 1.24%~2.18% respectively, and the method is rapid and precise. There is different Element content in *Pedicularis* from different places. There are some relations between altitude and content in different places. The result of *Pedicularis* can provide theoretical basis for medicine research.

**Keywords** ICP-MS; Element; *Pedicularis*

(Received Mar. 14, 2011; accepted Jul. 6, 2011)