

野生暗紫贝母中元素含量的测定^①

张海娟^{a,b} 马世震^{②a} 冀恬^a 胡凤祖^a 肖远灿^a 董琦^a

^a(中国科学院西北高原生物研究所 西宁市西关大街 59 号 810008)

^b(中国科学院研究生院 北京市 100049)

摘 要 利用原子吸收光谱法对青海久治和四川松潘两地野生暗紫贝母中的 K、Na、Ca、Mg、Fe、Mn、Cr、Ni、Pb、Cd 10 种元素进行含量测定, 10 种元素的相对标准偏差为 0.99%—2.45%, 回收率在 96.0%—103.3% 之间。测定结果表明, 四川松潘暗紫贝母中矿质元素 K、Na、Ca、Mg 含量高于青海久治, 并且主要矿质元素含量由高到低依次为 K>Mg>Na>Ca>Fe。此结果为道地性暗紫贝母质量标准的建立提供科学依据。

关键词 原子吸收光谱法; 暗紫贝母; 元素

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2012)01-0229-03

1 引言

暗紫贝母 (*Fritillaria unibracteata* Hsiao) 为百合科贝母属植物川贝母的主要来源之一, 是中国特有的中药材, 以地下干燥鳞茎入药。用于肺热燥咳、干咳少痰、阴虚劳嗽、咯痰带血^[1]。主要分布于四川西部、青海南部以及甘肃南部海拔 2800—4400m 的高寒草甸、高寒灌丛草地和高寒草甸地区^[2], 目前已经被列为三级濒危保护药材物种。为了全面评价暗紫贝母质量, 构建道地性暗紫贝母质量标准, 并为品种鉴别提供依据, 有必要对其元素的含量作系统的测定。本研究选取主产地青海久治和四川松潘两地的野生暗紫贝母, 并对其 10 多种元素含量进行测定与分析。

2 实验部分

2.1 供试药材

药材于 2008 年 8 月份采于青海久治和四川松潘, 经西北高原生物研究所马世震教授鉴定为暗紫贝母 (*Fritillaria unibracteata* Hsiao)。

2.2 实验仪器

220-FS 型原子吸收光谱仪 (美国 Varian 公司); AG204 电子分析天平 (瑞士苏黎世公司); QE-1 中药粉碎机 (中国东营仪器装备福利厂)。

2.3 实验试剂

10 种元素标准品购自国家标准物质研究中心; 10 种元素储备液浓度均为 1mg/mL; 硝酸 (优级

① 青海省重点攻关项目 (2005-N120); 科技部中小企业创新基金 (09C26216302702)

② 联系人, 手机: (0)18709710487; E-mail: haijuan_533@126.com

作者简介: 张海娟 (1987—), 女, 青海省民和县人, 在读硕士, 主要从事生药学研究工作。

收稿日期: 2011-03-03; 接受日期: 2011-04-27

纯);高氯酸(优级纯)。实验用水为超纯水。

2.4 实验方法

2.4.1 样品处理

取一定量的样品且必须用刷子处理表面杂质,在 80℃条件下烘干,粉碎后准确称取 0.5000g 置于 150mL 锥形瓶中,加入 10mL 浓硝酸和 2mL 浓高氯酸,小心摇动,勿使样品粘附在瓶壁上,使混酸液面浸没样品,静置 2h,然后在电炉上小心消解至冒白烟,消解液至无色透明近干时为止,冷却后,再加 2mL 浓盐酸继续在电炉上消解,消解液至无色透明近干时为止,冷却后,转移到 50mL 的容量瓶中,用超纯水定容。

2.4.2 测定方法及条件

按照原子吸收光谱仪标准操作规程操作,火焰原子吸收光谱法测定时采用空气-乙炔火焰,每个样品系统自动检测 2 次,并取平均值和算出 RSD 值均小于 5%。测定条件见表 1。石墨炉原子吸收光谱法测定条件见表 2。

表 1 火焰原子吸收工作条件

元素	灯电流 $I(\text{mA})$	波长 $\lambda(\text{nm})$	光谱通带 $\lambda(\text{nm})$	乙炔流量 $V(\text{L} \cdot \text{min}^{-1})$	空气流量 $V(\text{L} \cdot \text{min}^{-1})$
K	5.0	766.5	1.0	2.00	13.5
Na	5.0	589.0	0.5	2.00	13.5
Ca	10.0	422.7	0.5	2.00	13.5
Mg	4.0	285.2	0.5	2.00	13.5
Ni	4.0	232.0	0.2	2.00	13.5
Cr	7.0	357.9	0.2	2.00	13.5
Fe	5.0	248.3	0.2	2.00	13.5
Mn	5.0	279.5	0.2	2.00	13.5

表 2 石墨炉工作条件

元素	灯电流 I (mA)	波长 λ (nm)	光谱通带 λ (nm)	升温步骤(℃)			
				干燥	灰化	原子化	清除
Pb	10.0	283.3	0.5	85—120	400	2100	2100
Cd	4.0	228.8	0.5	85—120	350	2000	2000

3 结果与讨论

3.1 样品的测定

按照 2.4.2 项测定的条件下对样品进行分析测定。每个样品平行测定 2 次取平均值。结果见表 3。

表 3 样品分析结果

元素	$(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$									
	K	Mg	Na	Ca	Fe	Mn	Cr	Ni	Pb	Cd
四川松潘	6150.71	499.51	290.07	210.98	178.26	12.12	11.04	1.69	0.60	0.05
青海久治	5880.40	447.60	264.20	152.30	197.69	14.05	7.83	5.53	0.66	0.03

表 3 测定结果表明,暗紫贝母中 K、Na、Mg 等矿质元素的含量非常的丰富,均超过 200 $\mu\text{g}/\text{g}$,并且主要矿质元素含量有高到低依次为 $\text{K} > \text{Mg} > \text{Na} > \text{Ca} > \text{Fe}$,四川松潘产的暗紫贝母矿质元素 K、Na、Ca、Mg 高于青海久治地区,所以测定结果能够在一定程度上反应药材的本质。

3.2 精密度和回收率实验

为了验证方法的可靠性,进行了精密度和加标回收率实验,10 种元素的相对标准偏差为

0.99%—2.45%,回收率在 96.0%—103.3%之间。结果见表 4。

表 4 回收率和精密度

(mg/L)

元素	K	Mg	Na	Ca	Fe	Mn	Cr	Ni	Pb	Cd
原含量	61.065	5.085	3.325	2.348	2.035	0.126	0.174	0.028	0.006	0.055
加标量	61.000	5.000	3.000	2.000	2.000	0.100	0.100	0.030	0.006	0.050
测得总量	122.101	10.044	6.423	4.350	4.051	0.224	0.272	0.058	0.012	0.103
回收率(%)	100.1	99.2	103.3	100.1	100.8	98.0	98.0	100.0	100.0	96.0
RSD(%)	1.11	0.99	1.23	1.98	1.74	1.67	1.35	2.02	2.45	2.11

4 结论

采用硝酸-高氯酸(5:1)混酸作消解液处理样品,用火焰原子吸收光谱法和石墨炉原子吸收光谱法对野生暗紫贝母中 K、Na、Ca、Mg、Fe、Mn、Cr、Ni、Pb、Cd 10 种元素进行测定。方法操作简单、快速、灵敏度高,10 种元素的相对标准偏差为 0.99%—2.45%,回收率在 96.0%—103.3%之间,测定结果为道地性暗紫贝母质量标准的建立提供依据。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中国药典(一部)[M]. 北京:中国医药科技出版社,2010. 33—35.
 [2] 肖培根. 中药贝母的原植物和药用亲缘学的研究[J]. 植物分类学报,2007,45(4):473—487.

Determination of Elements in Wild *Fritillaria unibracteata* Hsiao

ZHANG Hai-Juan^{a,b} MA Shi-Zhen^a Ji Tian^a HU Feng-Zu^a XIAO Yuan-Can^a DONG Qi^a

^a(Northwest Institute of Plateau Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810008, P. R. China)

^b(Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, P. R. China)

Abstract The contents of K, Ca, Na, Mg, Fe, Mn, Cr, Ni, Pb and Cd in *Fritillaria unibracteata* Hsiao from Jiuzhi of Qinghai and Songpan of Sichuan were determined by atomic absorption spectrometry. RSD and recovery of this method were 0.99%—2.45% and 96.0%—103.3%, respectively. The contents of mineral elements K, Na, Ca, Mg from Qinghai were more than Sichuan, and the contents of mineral elements sequenced as K>Mg>Na>Ca>Fe. The result provides some scientific basis for the establishment of quality standard of *Fritillaria unibracteata* Hsiao.

Key words Atomic Absorption Spectrometry; *Fritillaria unibracteata* Hsiao; Elements

投稿须知

作者来稿一经交付,即被认为作者这份稿件没有投寄其他期刊;并且一旦录用则视为作者同意将该论文以书面形式、光盘形式和以网络形式发表的权利转让给了本刊编辑部,任何文摘刊物都可免费刊登摘要。若不同意上述意见,请另投他刊。

《光谱实验室》编辑部