

# 微波消解-火焰原子吸收光谱法 测定毛华菊中金属元素

胡庆兰\*, 邹思, 邓樱花, 张洪权

(植物抗癌活性物质提纯与应用湖北省重点实验室, 湖北第二师范学院,  
化学与生命科学学院, 湖北 武汉 430205)

**摘要:**采用微波消解法对草药毛华菊进行消解,并用火焰原子吸收光谱法对其中的 Zn、Mg、Ca、Fe 等 4 种元素的质量分数进行测定。在最优实验条件下测得 Zn、Mg、Ca、Fe 各元素的质量分数分别为 88.87、3 462.7、10 413.3、1 267.4  $\mu\text{g/g}$ 。各元素的相关系数为 0.992 2 ~ 0.999 8, RSD 为 0.17% ~ 1.99%, 加标回收率为 94.40% ~ 103.90%。各元素的检出限为 0.001 7 ~ 0.069 0  $\mu\text{g/mL}$ 。

**关键词:**微波消解; 火焰原子吸收光谱法; 毛华菊; 金属元素; 草药

中图分类号: O657

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2017)02-0202-03

DOI: 10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2017.02.049

## Determination of metal elements in *Dendranthema vestitum* by microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry (FAAS)

HU Qing-lan, ZOU Si, DENG Ying-hua, ZHANG Hong-quan

(Hubei Key Laboratory of Purification and Application of Plant Anti-cancer Active Ingredients,  
College of Chemistry and Life Science, Hubei University of Education, Wuhan 430205, China)

**Abstract:** The contents of 4 elements including Zn, Mg, Ca and Fe in the herbal medicine are dissolved by microwave digestion method and determined by flame atomic absorption spectrometry (FAAS). Under the optimal experimental conditions, the mass fraction of Zn, Mg, Ca and Fe are 88.87, 3 462.7, 10 413.3 and 1 267.4  $\mu\text{g/g}$ , respectively. The correlation coefficient of each element is 0.992 2 ~ 0.999 8 and the RSD value is 0.17% ~ 1.99%. The recovery rate is 94.40% ~ 103.90%. The detection limit of each element is 0.001 7 ~ 0.069 0  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ .

**Key words:** microwave digestion; flame atomic absorption spectrometry; *Dendranthema vestitum*; metal element; herbal medicine

毛华菊是一种生长在我国华中地区的草本植物,在民间常被作为一种草药而广泛使用,具有清热解毒、清肝明目等药用功能<sup>[1-2]</sup>,可用于治疗风热感冒、头痛眩晕、目赤肿痛、眼目昏花等症状。毛华菊中含有多种微量金属元素,如 Ca、Fe、Mg、Zn 等,这些金属元素对人体是有益的。崔朋雷<sup>[3]</sup>、罗人仕<sup>[4]</sup>、游富英<sup>[5]</sup>、胡庆兰<sup>[6-7]</sup>等对不同中草药都有涉及研究,而关于毛华菊中微量金属元素的研究几乎未见报道。在已进行过的研究中,主要局限在对毛华菊的生物性研究以及毛华菊作为香精香料的研究。王国亮等<sup>[8]</sup>研究了毛华菊风干花精油,从其精油中分离出多种化学物质。

笔者采用微波消解法对毛华菊进行预处理<sup>[9-10]</sup>,并用火焰原子吸收光谱法测定其中的微量金属元素 Zn、Mg、Ca、Fe 的质量分数。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及试剂

TANK BASIC 微波消解仪; AA-6300C 原子吸收分光光度计; UPT-I 型超纯水机; LFP-800T 高速多功能粉碎机。

毛华菊,取自湖北罗田大别山; Zn、Mg、Ca、Fe 标准储备液(1 000  $\mu\text{g/mL}$ ),国家有色金属及电子材料分析测试中心生产; 浓硝酸,优级纯,国药集团化学试剂有限公司生产; 氯化镧、过氧化氢(30%),分析纯,国药集团化学试剂有限公司生产。

### 1.2 实验条件

利用火焰原子吸收分光光度法测定样品中 Zn、Mg、Ca、Fe 的质量分数。实验仪器的工作条件如表 1 所示。

表1 4种元素测定的仪器工作条件

元素	波长/ nm	狭缝 宽度/ nm	灯电流/ mA	空气 流量/ (L·min <sup>-1</sup> )	乙炔 流量/ (L·min <sup>-1</sup> )	燃烧器 高度/ mm
Zn	213.9	0.7	8.0	15.0	2.0	7.0
Mg	285.2	0.7	8.0	15.0	2.0	7.0
Ca	422.7	0.7	10.0	15.0	1.8	7.0
Fe	248.3	0.2	12.0	15.0	2.2	9.0

### 1.3 实验过程

#### 1.3.1 样品的预处理

称取一定量的毛华菊进行粉碎,烘干,过筛(80目),然后准确称取一定量的毛华菊粉末并置于聚四氟乙烯消解罐中,用微量移液器分别移取8 mL硝酸和2 mL 30%过氧化氢加入消解罐中,同时做空白,封盖,置于微波消解仪中待消解。消解过程如表2所示。

表2 微波消解过程

步骤	升温时间/ min	设定压力/ MPa	设定温度/ ℃	保温时间/ min
第1步	0~5	2.4	120	1
第2步	6~9	2.4	150	3
第3步	12~18	2.4	200	15

消解程序完成后逐渐冷却到80℃,取出消解罐,慢慢放出消解罐中的气体,冷却至室温后转移至锥形瓶中,放在电炉上蒸至近干,冷却后转移至100 mL容量瓶中,并用0.5%硝酸洗涤锥形瓶,然

(上接第201页)

挥发、分离损失造成。

### 3 结论

利用2个FID检测器以及4种不同色谱柱的气相色谱仪建立了甲醇制芳烃反应的气、水、油三相反应产品的定性和定量分析方法。该方法成功将油相中难分离的邻二甲苯、对二甲苯、间二甲苯和乙基苯分开。此外,该方法操作简单,用时短,精密度、准确度高,可用于MTA催化剂和工业开发等过程。

#### 参考文献

- [1] 邹璇,吴巍,朱宁,等. 甲醇制芳烃研究进展[J]. 石油学报(石油加工),2013,29(3):539-547.
- [2] 张一成,王洪学,章序文,等. 甲醇制芳烃反应的催化研究进展

后用0.5%硝酸定容,摇匀待测,同时配制消解空白液。

#### 1.3.2 干扰离子的消除

在进行Ca的质量分数测定时,通常基体中共存的Al、Si、P等元素会对Ca的测定产生化学干扰。可在待测样品中加入掩蔽剂,以减少Al等元素对Ca质量分数测定的干扰,本实验中主要加入镧离子来消除化学干扰<sup>[11-12]</sup>,当Ca的吸收度达到最大时,视为加入的氯化镧量为最优。

分别移取一定量Ca的样品溶液于100 mL容量瓶中,加入氯化镧溶液,用0.5%硝酸溶液定容,摇匀后测定其吸光度值,结果如表3所示。由表3可以发现,加入氯化镧的体积为0.50 mL处所对应的吸光度最大。故在配制Ca溶液时,加入0.50 mL的氯化镧溶液消除干扰。

表3 氯化镧溶液对样品溶液吸光度值的影响

V(LaCl <sub>3</sub> )/mL	0.00	0.50	1.00	1.50
Ca的吸光度	0.0395	0.5240	0.4753	0.4814
V(LaCl <sub>3</sub> )/mL	2.00	2.50	3.00	
Ca的吸光度	0.4971	0.4985	0.4998	

## 2 结果与讨论

### 2.1 各元素线性范围、线性回归方程、相关系数

4种元素的线性回归方程及相关系数如表4所示。

由表4可以看出,各元素相关系数范围在0.992 2~0.999 8之间,呈良好的线性关系。

[J]. 化工进展,2016,35(3):801-806.

- [3] 孙爱明,倪友明,余韵,等. 甲醇转化制芳烃气水油三相体系中各类产物的色谱分析[J]. 应用化工,2010,39(9):1408-1412.
- [4] Róbert Barthos, Tamás Bánsági, Tímea Süli Zakar, et al. Aromatization of methanol and methylation of benzene over Mo<sub>2</sub>C/ZSM-5 catalysts[J]. Journal of Catalysis, 2007, 247: 368-378.
- [5] Marco Conte, Jose A Lopez-Sanchez, Qian He, et al. Modified zeolite ZSM-5 for the methanol to aromatics reaction[J]. Catalysis Science & Technology Catal Sci Technol, 2012, 2: 105-112.
- [6] Jingui Zhang, Weizhong Qian, Chuiyan Kong, et al. Increasing para-Xylene selectivity in making aromatics from methanol with a surface-modified Zn/P/ZSM-5 catalyst[J]. American Chemical Society, 2015, 5: 2982-2988.
- [7] 孙爱明. 甲醇催化转化制芳烃反应研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2011.
- [8] 汪正范. 色谱定性与定量[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007: 155-157. ■

表 4 4 种元素的线性回归方程及相关系数

元素	线性范围/( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	线性方程	相关系数
Zn	0.1000 ~ 0.5000	$Y=0.3667X+0.0119$	0.9983
Mg	0.1000 ~ 0.5000	$Y=0.8804X-0.0021$	0.9967
Ca	1.5000 ~ 3.5000	$Y=0.07904X+0.0223$	0.9922
Fe	1.0000 ~ 5.0000	$Y=0.06244X+0.0183$	0.9998

## 2.2 重复性实验

准确称取同一毛华菊样品 6 份,制备样品溶液,测得 Zn、Mg、Ca、Fe 各元素质量分数后计算样品中 Zn、Mg、Ca、Fe 各元素的总质量分数,并计算 *RSD* 值,结果如表 5 所示。

表 5 4 种元素质量分数及相对标准偏差

元素	质量分数/( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )						质量分数/( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	<i>RSD</i> / %
	1	2	3	4	5	6		
Zn	88.97	88.60	89.87	89.33	88.33	87.70	88.87	0.95
Mg	3472.0	3502.7	3492.0	3473.3	3429.3	3406.7	3462.7	1.01
Ca	10485.7	10473.3	10405.7	10384.7	10393.3	10338.3	10413.3	0.17
Fe	1270.9	1293.3	1298.6	1262.3	1243.6	1236.6	1267.4	1.99

## 2.3 检出限

对标准曲线的空白溶液进行连续 20 次测定,记录吸光度值,求出检出限,结果如表 6 所示。

表 6 4 种元素的检出限

元素	Zn	Mg	Ca	Fe
检出限/( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	0.0078	0.0017	0.0690	0.0621

## 2.4 加样回收率实验

表 7 4 种元素的加标回收率

元素	加标前	加标	加标后	回收率/ %
	质量浓度/ ( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	质量浓度/ ( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	质量浓度/ ( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	
Zn	0.2666	0.0500	0.3143	95.4
		0.1000	0.3610	94.4
		0.2000	0.4744	103.9
Mg	0.2581	0.0500	0.3075	98.8
		0.1000	0.3538	95.7
		0.2000	0.4619	101.9
Ca	3.1240	0.0500	3.1721	96.2
		0.1000	3.2210	97.0
		0.3000	3.4188	98.3
Fe	3.8027	0.1000	3.9011	98.4
		0.5000	4.2999	99.4
		1.0000	4.7987	99.6

为验证试验的准确性,对毛华菊样品进行加标回收试验。准确称取一定量毛华菊样品 6 份,分别准确加入一定量的 Zn、Mg、Ca、Fe 标准溶液,制备样品溶液,同时制备空白液,测定其回收率,结果如表 7 所示。

由表 7 可以看出,各元素的加标回收率在 94.4% ~ 103.9% 之间,说明实验结果可靠。

## 3 结论

利用微波消解的方法处理样品,并用火焰原子吸收光谱法测定毛华菊中 Zn、Mg、Ca、Fe 等 4 种元素的质量分数。在最优的实验条件下,测得 Zn、Mg、Ca、Fe 元素的质量分数分别为 88.87、3 462.7、10 413.3、1 267.4  $\mu\text{g}/\text{g}$ ,各元素的相关系数为 0.9922 ~ 0.9998, *RSD* 为 0.17% ~ 1.99%,加标回收率为 94.4% ~ 103.9%,表明试验结果可靠,精密度高。同时检测结果表明,Ca 的质量分数最高,这跟毛华菊清热解毒的药用价值相符。

## 参考文献

- [1] 刘娟. 中国菊科药用植物化学成分及开发利用[M]. 哈尔滨:东北林业大学出版社,1998:120-135.
- [2] 艾铁民. 中国药用植物志[M]. 北京:北京大学医学出版社,2004:680.
- [3] 崔朋雷,刘海燕,张冬暖,等. 原子吸收光谱法测定一些中药中的重要微量元素[J]. 广州化工,2013,41(8):123-125.
- [4] 罗人仕,胡馨,廖建华. 火焰原子吸收法测定中药土大黄中四种微量元素的含量[J]. 广东微量元素科学,2014,21(8):15-18.
- [5] 游富英,胡俊平,刘妍. 非完全消化-火焰原子吸收法测定枸杞子中的微量元素[J]. 江苏农业科学,2010,38(3):374-375.
- [6] 胡庆兰,李亚杰,张杰,等. 库页悬钩子果实中微量金属元素质量分数的测定[J]. 现代化工,2016,36(4):176-178.
- [7] 胡庆兰,张杰,邓樱花. 珍珠杆中微量金属元素含量的测定[J]. 华中师范大学学报(自然科学版),2016,50(1):78-81.
- [8] 王国亮,朱信强,袁萍,等. 毛华菊精油化学成分研究[J]. 武汉植物学研究,1995,13(4):383-384.
- [9] 陈召桂,成凌,朱灵珠,等. 微波消解-原子吸收法测不同食品中铬的含量[J]. 食品工程,2015,(1):59-61.
- [10] 诸莹,王君,李刚. 微波消解-ICP-AES 测定植物样品中多种微量元素[J]. 光谱实验室,2009,26(5):1168-1171.
- [11] 张金生,林静,李丽华,等. 火焰原子吸收法测定蒙古奶茶中的钙、镁、锌[J]. 现代化工,2012,32(2):94-96.
- [12] 林广云,陈红英,蔡葵花,等. 火焰原子吸收分光光度法测定陈皮中微量元素[J]. 中国卫生检验杂志,2002,12(3):270-271. ■