

## 研究报告

## 原子吸收光谱法测定琐琐葡萄中的无机元素

苏德奇,刘涛,马龙,田姗姗

(新疆医科大学公共卫生学院,新疆 乌鲁木齐 830011)

**摘要:**目的 用原子吸收光谱法测定琐琐葡萄中12种无机元素的含量。方法 称取5份经粉碎、干燥恒重后的琐琐葡萄样品1.000 0 g置于150 ml三角烧瓶中,加入硝酸+高氯酸(4+1)混合溶液20 ml,电热板消化后,用超纯水稀释至刻度,在仪器工作条件下用3%稀硝酸做空白测定吸光度。用火焰原子吸收光谱法测定了琐琐葡萄中K、Ca、Na、Mg、Fe、Mn、Zn、Cu、Cr元素的含量,Cd、Pb、Se元素含量用石墨炉原子吸收光谱法测定。结果 原子吸收光谱法测定的线性相关系数为0.997 9~0.999 9,相对标准偏差在0.19%~4.55%之间。样品中的K、Ca、Na、Fe、Mn、Cu、Cd、Cr、Se含量分别为11 906.50、1 409.01、479.03、208.80、8.97、5.21、0.06、0.25、1.98  $\mu\text{g/g}$ ,Mg、Zn和Pb未检出。结论 原子吸收光谱法检测琐琐葡萄中的无机元素具有良好的准确度和精密度;琐琐葡萄中K、Ca、Na、Fe、Se含量较高;琐琐葡萄抗炎作用可能与其中无机元素含量较高有关。

**关键词:**琐琐葡萄;无机元素;原子吸收光谱法;食品

**中图分类号:** O433.51 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-8456(2011)05-0411-03

**Determination of inorganic elements in *Vitis amurensis* by atomic absorption spectrometry**

Su Deqi, Liu Tao, Ma Long, Tian Shanshan

(College of Public Health, Xinjiang Medical University, Xinjiang Urumqi 830011, China)

**Abstract: Objective** To determine 12 inorganic elements in *Vitis amurensis* by atomic absorption spectrometry (AAS).

**Methods** Samples were dried and crushed with a mechanical device. Weighing 1.000 0 g of crushed *Vitis amurensis* and putting into a 150 ml Erlenmeyer flask. Adding 20 ml of acid digestion reagent ( $\text{HNO}_3$ :  $\text{HClO}_4$  = 4: 1 by volume) and then heated on an electric hot plate. The contents of K, Ca, Na, Mg, Fe, Mn, Zn, Cu and Cr in *Vitis amurensis* were determined by flame atomic absorption spectrometry, the contents of Cd, Pb and Se were determined by graphite furnace atomic absorption spectrometry. Five parallel samples and blanks were required for each *Vitis amurensis* sample. **Results** The correlation coefficient of standard curve determined by atomic absorption spectrometry was 0.997 9 - 0.999 9, *RSD* was 0.19% - 4.55%. The contents of K, Ca, Na, Fe, Mn, Cu, Cd, Cr and Se in *Vitis amurensis* were 11 906.50, 1 409.01, 479.03, 208.80, 8.97, 5.21, 0.06, 0.25 and 1.98  $\mu\text{g/g}$ , and the contents of Mg, Zn and Pb were not be detected. **Conclusion** The determination of inorganic elements in *Vitis amurensis* with AAS was good at accuracy and precision; the contents of K, Ca, Na, Fe and Se were higher; The anti-inflammatory effect of *Vitis amurensis* might be relevant to its higher inorganic element contents.

**Key words:** *Vitis amurensis*; inorganic elements; atomic absorption spectrometry; food

琐琐葡萄为葡萄科葡萄属植物琐琐葡萄(*Vitis amurensis* L.)的成熟果实,主产于新疆吐鲁番、和田和鄯善等地,是维吾尔医习用的一种药食兼用植物。药用果实,具有健脾胃、理肺、生津、养血等作用。维吾尔医学用于治疗脾胃不和、神志不安等,民间用于小儿麻疹、肝炎等症<sup>[1]</sup>。现代研究表明,

琐琐葡萄中除含有大量的葡萄糖、果糖、维生素、氨基酸等营养成分外,还有鞣质类、黄酮、萜类、多糖等多种生物活性物质,本课题组前期对其功效进行了大量研究<sup>[2-5]</sup>。

有实验表明,中药中普遍含有人体所必需的微量元素,而其有效成分与金属元素密切相关<sup>[6]</sup>,中药中所含金属元素的研究成为中医中药现代化的课题之一<sup>[7-8]</sup>。琐琐葡萄元素含量的测定未见系统报道。本研究拟通过原子吸收光谱法测定琐琐葡萄中无机元素含量,为阐明其作用机制及琐琐葡萄的合理使用提供参考。

收稿日期: 2011-02-22

基金项目: 国家自然科学基金项目(30660157); 教育部博士点基金项目(200807600002)

作者简介: 苏德奇 男 讲师 研究方向为新疆特色药食用资源的应用开发

通信作者: 马龙 男 教授 博士生导师 E-mail: ml858@sina.com

## 1 材料与amp;方法

1.1 材料

琐琐葡萄药材购自新疆吐鲁番市药材公司。

1.2 仪器与试剂

原子吸收仪(240SF 美国瓦里安公司)、电热板、纯水机、空心阴极灯(AS-1)、电热恒温鼓风干燥箱。

HClO<sub>4</sub>、HNO<sub>3</sub> 均为优级纯;超纯水。

1.3 仪器条件

各元素的空气流量均为 13.5 L/min,其他仪器工作参数见表 1 和表 2。

表 1 火焰原子吸收法测定条件

Table 1 Working parameters for flame atomic absorption spectrometry

元素	波长 (nm)	电流 (mA)	最大电流 (mA)	乙炔流量 (L/min)	狭缝 (nm)
K	766.5	4	10	2	0.5
Mn	279.5	5	25	2	0.5
Cr	357.9	5	20	2	0.5
Na	589.0	5	15	2	0.5
Fe	248.3	8	25	2	0.5
Zn	213.9	6	15	2	0.5
Cu	324.8	4	15	2	0.5
Mg	285.2	4	15	2	0.5
Ca	422.7	5	20	2	0.5

表 2 石墨炉原子吸收法测定条件

Table 2 Working parameters for graphite furnace atomic absorption spectrometry

元素	波长 (nm)	电流 (mA)	最大电流 (mA)	狭缝 (nm)	进气类型
Cd	228.8	4	15	0.5	氩气
Pb	283.3	10	20	0.5	氩气
Se	196.0	10	20	0.5	氩气

1.4 实验方法

琐琐葡萄样品用超纯水冲洗 2 遍,晾干,置烘箱中,在 40 °C 条件下烘 8 h 至干燥,再用粉碎机将其粉碎,分置于称量瓶中,在干燥皿中保存备用。称取 5 份经粉碎、干燥恒重后的琐琐葡萄样品 1.000 0 g 置于 150 ml 三角烧瓶中,加入硝酸 + 高氯酸(4 + 1)混合溶液 20 ml,摇匀,静置 15 min,置电热板上加热(200 °C 以下)消化到剩余酸至近干,取下冷却后,加入 15 ml 超纯水继续加热挥去余酸至近干,转移到 50 ml 容量瓶中,用超纯水稀释至刻度,在仪器工作条件下用 3% 稀硝酸做空白测定吸光度,进样量 2 ml,平行样品 5 份。

1.5 标准曲线

各元素标准系列(μg/ml): K、Ca、Mg、Fe、Zn、Cr、Cd 元素:0、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00; Na、Mn、Cu 元素:0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50; Pb 元素:0、10.00、20.00、30.00、40.00、50.00; Se 元素:0、1.00、5.00、10.00、15.00、20.00。

2 结果

2.1 各元素标准曲线

Ca、Na、K、Zn、Fe、Mg、Mn、Cr、Cu、Se 采用火焰法测定,Pb、Cd 采用石墨炉法测定。配制不同浓度的以上各元素标准溶液,在仪器工作条件下测其吸光度,绘出标准曲线,计算回归方程和相关系数,结果见表 3。

表 3 各元素标准曲线回归方程及相关系数

Table 3 linear regression equations and correlation coefficients

元素	线性回归方程	相关系数	检出限(μg/ml)
K	y = 0.2317x + 0.4238	0.9999	0.001
Na	y = -0.0317x + 2.2614	0.9979	0.002
Ca	y = -0.0157x + 0.2321	0.9986	0.021
Mg	y = -0.6417x + 0.9074	0.9996	0.050
Fe	y = 0.0188x + 0.1793	0.9998	0.010
Zn	y = 0.3779x + 0.4613	0.9997	0.003
Mn	y = 0.0150x + 0.4887	0.9998	0.004
Cu	y = 0.0291x + 0.3913	0.9998	0.005
Cr	y = -0.0034x + 0.0781	0.9999	0.010
Pb	y = 0.3196x + 0.0343	0.9999	0.0001
Cd	y = 0.0706x + 0.2347	0.9998	0.005
Se	y = 0.0237x + 0.0035	0.9999	0.0001

2.2 加标回收率

为考察方法的可靠性进行了加标回收率试验,回收率和相对标准偏差(RSD)结果见表 4。

表 4 回收率试验

Table 4 Precisions and recoveries(n = 5)

元素	本底值 (mg/L)	加标值 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%)
K	2.38	2.00	4.37	99.5	0.19
Na	0.09	0.10	0.20	100.2	2.19
Ca	0.28	0.20	0.48	99.1	0.29
Mg	0	0.10	0.10	100.5	1.52
Fe	4.18	4.00	8.17	99.9	0.16
Zn	0	0.10	0.10	100.1	1.48
Mn	0.18	0.20	0.38	99.8	0.67
Cu	0.10	0.10	0.20	99.5	1.72
Cr	0.01	0.10	0.10	99.3	2.82
Pb	0	0.10	0.10	100.8	2.12
Cd	0	0.10	0.10	99.7	4.55
Se	0.04	0.10	0.12	100.2	3.69

注:K、Na、Ca 为样品溶液稀释 100 倍测定结果,加标量 1 ml。

2.3 样品测定

琐琐葡萄中元素 Zn、Mg 和 Pb 未检出,其他各种元素含量检测结果见表 5。

表 5 琐琐葡萄干样品中金属元素测定结果

Table 5 Analytical results of grape samples from Turpan(μg/g)

元素	琐琐葡萄干 (n = 5)	市售普通级 <sup>a</sup> (n = 3)	市售中级 <sup>a</sup> (n = 3)
K	11906.50	4880.13	6711.93
Ca	1409.01	869.54	924.32
Na	479.03	227.81	237.70
Mg	未检出	586.80	447.31
Fe	208.80	66.80	37.71
Zn	未检出	4.38	3.29
Mn	8.97	1.46	0.69
Cu	5.21	6.21	5.64
Pb	未检出	未检测	未检测
Cd	0.06	未检测	未检测
Cr	0.25	未检测	未检测
Se	1.98	未检测	未检测

注:<sup>a</sup> 数据引自文献[9]。

### 3 讨论

据《维吾尔药志》记载,琐琐葡萄具有健脾胃、理肺、生津、养血、补肾等功效,用于脾胃不和、头晕腰酸、神志不安、咳嗽气短,民间用于小儿麻疹、肝炎等症,常用量 15 ~ 30 g<sup>[10]</sup>。

本文采用 HNO<sub>3</sub> + HClO<sub>4</sub> 混合酸消解琐琐葡萄干样品,用火焰原子吸收光谱法和石墨炉法测定了其中 12 种元素含量,回收率在 99.1% ~ 100.8% 之间,精密度在 0.19% ~ 4.55% 之间,表明原子吸收法对琐琐葡萄中各元素测定具有良好的稳定性,结果准确可靠,精密度符合要求。

实验对琐琐葡萄中重金属元素、常量元素、微量元素含量进行了检测。结果表明,重金属元素 Pb 未检出, Cd、Cr 含量未超出国家污染物限量标准<sup>[11]</sup>,琐琐葡萄未受重金属污染。常量元素检测结果显示,琐琐葡萄中 K、Ca、Na 元素含量远高于本地产普通市售葡萄干,在日常用量下摄入体内的 K、Ca、Na 分别为 36 ~ 180、21.14 ~ 42.27、7.19 ~ 14.38 mg/d,低于我国营养学会推荐摄入量<sup>[12]</sup>,该用量不会造成体内电解质紊乱。但是对于麻疹、肝炎合并高血钾症的患者应该谨慎食用,因为临床研究发现,高血钾症会导致心源性休克、心搏骤停等危险。微量元素检测结果显示,琐琐葡萄中 Se 含量远高于富硒大米和富硒葡萄<sup>[13]</sup>,属于富硒干果类<sup>[14]</sup>,日常用量下摄入体内硒元素为 28.7 ~ 59.4 μg/d,接近人体适宜摄入量,但远低于中毒剂量<sup>[15]</sup>。琐琐葡萄中微量元素 Fe 含量为普通市售葡萄干的 3 倍,日常用量下铁摄入量为 3.13 ~ 6.27 mg/d,低于人体推荐量(12 ~ 18 mg/d)。微量元素 Cu、Mn 含量与市售葡萄干差异不大,元素 Mg 和 Zn 未检出。

现代医学研究表明,琐琐葡萄多糖和黄酮是小儿麻疹、肝炎、肾炎等症治疗的物质基础。虽然有研究表明 K 和 Ca 参与了多种免疫细胞的活化,Fe 和 Se 能促进细胞因子的分泌,提高机体免疫细胞的吞噬功能,促进 B 淋巴细胞分化并产生抗体,使血液中抗体水平提高或维持正常水平,还能显著提高抗原结合细胞数目,具有增强特异性细胞免疫功能的作用<sup>[16-20]</sup>,但琐琐葡萄多糖或黄酮是否在抗炎、抗病毒治疗中与上述元素协同起效,需进一步研究。

### 参考文献

[1] 新疆维吾尔自治区卫生厅. 维吾尔药材标准(上册)[M]. 乌

鲁木齐:新疆科技卫生出版社,1993:347.

- [2] 何华,马龙,徐良军,等. 新疆琐琐葡萄提取物抗流感病毒 A (H1N1) 亚型作用研究[J]. 中国食品卫生杂志,2009,21(5): 392-397.
- [3] 刘涛,马龙,赵军,等. 琐琐葡萄多糖对大鼠体外免疫性肝损伤保护作用的研究[J]. 时珍国医国药,2008,19(10): 2325-2327.
- [4] 刘涛,马龙,赵军,等. 琐琐葡萄多糖对小鼠免疫性肝损伤的保护作用及机制研究[J]. 营养学报,2008,30(6):596-601.
- [5] LIU Tao, ZHAO Jun, LI Haibo, et al. Evaluation on anti-hepatitis viral activity of Vitis vinifer L [J]. Molecules, 2010, 15: 7415-7422.
- [6] 徐飞,黄茂芳,李积华,等. 微量元素形态分析研究概况[J]. 微量元素与健康研究,2009,26(4):62-64.
- [7] 胡乃梁. 微量元素的平衡和微量元素的二重性[J]. 微量元素与健康研究,2005,22(1):49-51.
- [8] 刘彦明. 原子吸收光谱法测定中成药中微量元素[J]. 光谱学与光谱分析,2000,20(3):373-375.
- [9] 杨理,闫清华. ICP-AES 法测定葡萄干中常量微量元素含量[J]. 食品与发酵工业,2009(4):163-165.
- [10] 刘勇民. 维吾尔药志[M]. 修订版. 乌鲁木齐:新疆科学技术出版社,1991:496-498.
- [11] 卫生部. GB 2762—2005 食品中污染物限量[S]. 北京:中国标准出版社,2005:55-64.
- [12] 中国营养学会. 中国居民膳食指南[M]. 西藏:西藏人民出版社,2008:17-18.
- [13] 邓世林,李新风,郭小林. 流动注射原子吸收光谱法测定富硒天麻、葡萄及大米中的硒[J]. 分析实验室,2003,22(2): 54-56.
- [14] 吴正奇,刘建林. 硒的生理保健功能和富硒食品的相关标准[J]. 中国食物与营养,2005(5):43-46.
- [15] 王建华. 硒中毒[J]. 兽医大学学报,1993,13(4):401-408.
- [16] 彭西,崔恒敏. 硒对免疫功能影响的研究进展[J]. 中国兽医学,2010,40(8):867-872.
- [17] WALEV I, KLEIN J, HUSMANN M, et al. Potassium regulates IL-1 beta processing via calcium-independent phospholipase A2[J]. J Immunol, 2000, 164(10):5120-5124.
- [18] MEUTH S G, BITTNER S, MEUTH P, et al. Twik-related acid-sensitive K<sup>+</sup> channel 1 (TASK1) and TASK3 critically influence T lymphocyte effector functions [J]. J Biol Chem, 2008, 283(21):14559-14570.
- [19] DYLEWSKI M L, MASTRO A M, PICCIANO M F. Maternal selenium nutrition and neonatal immune system development[J]. Biol Neonate, 2002, 82(2):122-127.
- [20] 曹华斌,郭剑英,唐兆新. 微量元素铁对动物免疫功能的研究进展[J]. 江西饲料,2006(4):1-4.