

银杏叶片中微量元素的火焰原子吸收法分析

秦公伟, 耿敬章, 曹小勇, 江海, 温博

(陕西理工学院 生物科学与工程学院, 陕西省资源生物重点实验室, 陕西 汉中 723001)

摘 要:采用微波消解和火焰原子吸收光谱法对汉中市 4 个县区 5 份银杏叶片样品中的 Fe、Mn、Zn、Cu 的含量进行测定。结果表明:5 个银杏叶片样品中 4 种微量元素含量($\mu\text{g/g}$)依次分别是陕西理工学院校园 Fe 365.7、Mn 24.3、Zn 13.6、Cu 8.7;汉台区 Fe 283.1、Mn 20.7、Zn 10.2、Cu 9.4;城固县 Fe 395.0、Mn 30.5、Zn 19.3、Cu 18.0;南郑县 Fe 194.4、Mn 25.0、Zn 13.0、Cu 7.7;勉县 Fe 214.4、Mn 27.0、Zn 12.1、Cu 8.4;检出限($\mu\text{g/mL}$)Fe 0.015、Mn 0.019、Zn 0.0062、Cu 0.006;回收率 92%~110%。同一银杏叶片样品中各元素含量 $\text{Fe} > \text{Mn} > \text{Zn} > \text{Cu}$, 其中城固县样品中各微量元素的含量普遍较高。

关键词:银杏叶片;微波消解;火焰原子吸收光谱法;微量元素

中图分类号:Q 949.9 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2012)02-0035-03

银杏(*Ginkgo biloba*. L)属裸子植物门银杏纲银杏科银杏属多年生落叶乔木,是一种进化比较原始的树种,在地球上存在约 2 亿年,具有“天然活化石”之称,具有很高的药用、食用价值^[1]。据近年研究表明,银杏叶片及种子白果中含有黄酮类、酚类等活性成分及多种无机元素,具有敛肺、平喘、活血化瘀和止痛等多种作用^[2],与之相关的保健品及药品也大量问世。其良好的治疗效果引起了广大学者的极大关注,与此同时其微量元素的生理活性在临床抗病、治病过程中的作用已被人们逐渐认识。

陕西是全国著名的银杏六大产区之一,素有“银杏之乡”的美称,其分布陕南秦巴山区多于关中和陕北。现采用微波消解、火焰原子吸收光谱法测定陕西汉中市 4 县区 5 个银杏叶片样品中 Fe、Mn、Zn、Cu 4 种微量元素的含量,为研究其含量与食疗保健、药效发挥关系和汉中市银杏资源开发、利用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

2009 年 4 月分别于陕西理工学院校园、汉中市汉台区、城固县、南郑县和勉县等地采集银杏叶片,每一采样区域 3 点以上采集混为 1 个样品。仪器与试剂:石墨炉原子吸收光谱仪(美国 Thermo Electron Corporation

M6);微波消解器,上海新仪 MDS-6 型温压双控微波消解仪;预处理挥酸装置,上海新仪 ECH-1 型电子控温加热板。铁、锰、锌和铜标准贮备液(1 mg/mL,中国医药上海化学试剂公司);硝酸, H_2O_2 (均为分析纯);水为超纯水。

1.2 试验方法

1.2.1 样品准备与消解 样品自来水清洗干净,去离子水漂洗,放入托盘,烘箱中 60℃ 烘干。用粉碎机粉碎,过 40 目筛,所得样品予以标记保存。精确称取约 1.000 g 样品置于微波消化制样杯中,加入 1 mL 的超纯水对样品进行浸润,然后加入 3 mL 消解液(硝酸 : H_2O_2 = 4 : 1),置控温加热板上预处理,先在 40℃ 下 10 min,然后在 70℃ 下进一步消解,待黄棕色烟雾基本消失后,追加 2 mL 的混合酸进行微波消化,步骤见表 1^[3-4]。消化完毕后,在 120℃ 下挥酸,待微波消化制样杯中的液体剩下约 1 mL 时,用 0.5 mol/L 硝酸定容到 50 mL,待测。同时依上述过程制作样品空白溶液。样品经消解后呈无色透明(略有沉淀,属正常现象)。

表 1 微波消化条件

| 步骤 | 压力/MPa | 保持时间/min | 功率/W |
|----|--------|----------|------|
| 1 | 0.3 | 2 | 400 |
| 2 | 0.6 | 2 | 600 |
| 3 | 1.0 | 1 | 800 |
| 4 | 1.5 | 1 | 600 |
| 5 | 2.0 | 5 | 400 |

1.2.2 标准工作溶液 取各元素标准贮备液(浓度 1 mg/mL),用 0.5 mol/L 硝酸稀释定容,制备以下各元素标准系列浓度溶液(单位: $\mu\text{g/mL}$),备用。Fe: 0.0、1.0、5.0、10.0、20.0、50.0、80.0; Mn: 0.0、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、8.0; Zn: 0.0、0.2、0.5、1.0、2.0、3.0、5.0; Cu:

第一作者简介:秦公伟(1980-),男,陕西蒲城人,硕士,讲师,现主要从事植物资源保护与开发利用研究工作。E-mail:qgwei2008@yahoo.com.cn。

基金项目:陕西省教育厅重点实验室重点科研计划资助项目(09JS048);陕西省教育厅科研基金资助项目(07JK206)。

收稿日期:2011-10-28

0.0、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、8.0。

1.2.3 仪器工作条件的选择 通过多次试验,确定仪器工作条件(表2)。

表2 原子吸收仪器工作条件

| 元素 | 波长 /nm | 光谱通带 /nm | 灯电流 /mA | 燃烧器高度 /mm | 燃气流量 /mL·min ⁻¹ | 扣背景 |
|----|-----------|-------------|------------|--------------|-------------------------------|-----|
| Fe | 248.3 | 0.5 | 6.0 | 7.0 | 900 | 氘灯 |
| Mn | 279.5 | 0.2 | 6.0 | 7.0 | 1 000 | 氘灯 |
| Zn | 213.9 | 0.2 | 6.0 | 7.0 | 1 100 | 氘灯 |
| Cu | 324.8 | 0.5 | 6.0 | 7.0 | 1 100 | 氘灯 |

2 结果与分析

2.1 标准曲线的回归方程及相关系数

按表2工作条件,以超纯水调零吸光度,分别将Fe、Mn、Zn、Cu标准系列溶液导入仪器,测定系列标准溶液的吸光度,仪器自动绘制标准曲线,得出回归方程。由表3可知,在选定的浓度范围内,各元素线性关系较好。

表3 4种元素的回归方程及相关系数

| 元素 | 回归方程 | 相关系数 <i>r</i> |
|----|---------------------|---------------|
| Fe | $Y=0.02925X+0.0098$ | 0.9992 |
| Mn | $Y=0.9447X-0.0002$ | 0.9995 |
| Zn | $Y=0.33794X+0.0286$ | 0.9968 |
| Cu | $Y=0.09728X+0.0195$ | 0.9994 |

2.2 检出限试验

对所测元素标准溶液或稀释标准溶液(Fe 0.1、Mn 0.25、Zn 0.2、Cu 0.2)连续11次测定。各元素吸光值和标准偏差,Fe为0.004和0.0002;Mn为0.027和0.0007;Zn为0.086和0.0009;Cu为0.026和0.0003,按下式算出检出限:检出限=C/A×3δ(式中:C为标准溶液浓度,A为11次测定的平均吸光度,δ为11次测定的标准偏差)。如果在测定中,有1次数据被认为是由外界干扰或操作引起的偶然误差,则可重新进行11次测定。测定结果见表4。

表4 4种元素检出限 $\mu\text{g/mL}$

| 元素 | Fe | Mn | Zn | Cu |
|-----|-------|-------|--------|-------|
| 检出限 | 0.015 | 0.019 | 0.0062 | 0.006 |

2.3 银杏叶片中微量元素的含量

准确称取各样品4份,制备4份平行消化溶液,分别测定样品中微量元素的含量,计算4份样品中被测元素的平均值和标准偏差。由表5可知,同一样品中各元素的含量为Fe>Mn>Zn>Cu,其中城固县样品中各微量元素的含量普遍较高。

表5 元素含量的测定结果 $\mu\text{g/g}$

| 元素 | 陕西理工学院 | 汉中市 | 城固县 | 南郑县 | 勉县 |
|----|------------|------------|-----------|------------|-----------|
| Fe | 365.7±24.8 | 283.1±14.1 | 395.0±5.9 | 194.4±12.8 | 214.4±6.7 |
| Mn | 24.3±0.5 | 20.7±0.3 | 30.5±0.6 | 25.0±0.7 | 27.0±0.2 |
| Zn | 13.6±0.1 | 10.2±0.1 | 19.3±0.2 | 13.0±0.4 | 12.1±0.4 |
| Cu | 8.7±0.5 | 9.4±0.5 | 18.0±0.8 | 7.7±0.3 | 8.4±0.4 |

2.4 加标回收试验

准确称取8份样品,其中4份加入标准溶液,其中Fe、

Mn、Zn、Cu分别为5、5、5、2 mL,浓度为Fe 0.1 mg/mL、Mn 0.01 mg/mL、Zn 0.01 mg/mL、Cu 0.01 $\mu\text{g/mL}$,制备消化溶液后测定元素含量,根据测定值计算回收率(表6)。由表6可知,被测元素的加标回收率在92%~110%之间,说明所选取的测定方法是恰当、可行的。

表6 回收率试验

| 元素 | 样品含量 / μg | 加标量 / μg | 加标后测定值 / μg | 回收量 / μg | 回收率 /% |
|----|-------------------------|------------------------|---------------------------|------------------------|-----------|
| Fe | 365.7 | 500 | 824.2 | 458.5 | 92 |
| Mn | 24.3 | 50 | 79.3 | 55.0 | 110 |
| Zn | 13.6 | 50 | 65.1 | 51.5 | 103 |
| Cu | 8.7 | 20 | 28.9 | 20.2 | 101 |

3 讨论

采用硝酸、 H_2O_2 体系微波消解银杏叶片样品,用火焰原子吸收光谱法测定银杏中4种微量元素的含量,试剂用量少、环境污染小、方法快速简便、重复性好、准确度高,适用于同类生物样品中微量元素Fe、Mn、Zn、Cu的测定。

该试验所测定的银杏叶片样品中4种微量元素含量(单位: $\mu\text{g/g}$):Fe(395.0~194.4)、Mn(30.5~20.7)、Zn(19.3~10.2)、Cu(18.0~7.7),与李春鸣等^[5]同时期的测定结果(Fe 340、Mn 20、Zn 70)相比较,Fe、Mn含量相近,Zn含量明显较低,分析原因可能主要是采样地区差异造成。根据药用植物及制剂外经贸绿色行业标准^[6] $\text{Cu} \leq 20.0 \text{ mg/kg}$,留坝县GAP生产基地种植的西洋参未受到污染,符合国家要求。该试验中同一采样区域银杏叶片样品中各元素的含量为Fe>Mn>Zn>Cu,与李茵萍等^[7]测定的桑叶中微量元素含量规律相同。其中城固县样品中各微量元素的含量普遍较高,考虑陕西是全国六大产区之一,在该地区进行银杏的规范化种植可能是一个较为理想的地域。

据相关研究,Fe、Mn、Zn、Cu是人体必需的微量元素,被誉为“生命攸关的元素”^[8],是人体中重要的辅酶因子,对细胞分裂,核酸及脂肪代谢起重要作用^[7]。试验所测银杏叶片中的4种微量元素含量普遍较高,都是人体所必须的,用其制作开发的银杏茶或其银杏制剂,经常适量饮用对身体有益,可辅助治疗相关疾病。

参考文献

- [1] 孙晶,徐丽华.原子吸收分光光度法测定银杏叶片中微量元素[J].中国药师,2006,9(11):1009-1010.
- [2] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(一部)[S].北京:化学工业出版社,2010:296-297.
- [3] 秦公伟,曹小勇,王晶,李静.不同年生西洋参中铅、镉含量分析[J].食品科学,2009(10):182-184.
- [4] 包雪英.微波消解原子吸收法测定香菇中的矿质元素[J].北方园艺,2010(1):205-206.
- [5] 李春鸣,谢志娟,袁凯华,等.银杏叶片中无机元素季节性含量的测定[J].西北民族大学学报(自然科学版),2004,25(2):31-32.

一氧化氮处理对韭菜维生素 C 含量的影响

周春丽^{1,2}, 范鸿冰¹, 吕玲琴¹, 钟贤武¹, 苏虎¹, 李玉萍¹

(1. 江西科技师范学院 生命科学院, 江西 南昌 330013; 2. 中国农业大学 食品科学与营养工程学院, 北京 100083)

摘要:以地产农家新鲜韭菜为试材,研究了常温、常压下用硝普钠溶液处理对韭菜贮藏保鲜效果的影响。结果表明:选择不同浓度的硝普钠(SNP)溶液,处理韭菜时间的长短对其保鲜效果的影响各不相同,1.0 $\mu\text{mol/L}$ SNP、浸泡 1.5 h 对延缓维生素 C 含量下降的作用最大。说明适宜浓度外源 NO 处理能够降低延缓芹菜氧化衰老进程,对采后芹菜有显著的保鲜效果。

关键词:一氧化氮;韭菜;维生素 C

中图分类号:S 633.309⁺.3 **文献标识码:**B **文章编号:**1001-0009(2012)02-0037-03

韭菜具有非常高的营养价值,探究较好的储藏条件对其营养价值的保留至关重要。一氧化氮(NO)是生物体内非常重要的信号分子,参与生物体的成熟衰老^[1]等各种过程。自 1996 年, Leshem 等^[2]首次报导 NO 可以在生物体内合成。如今,NO 已经被认为是生物体内一种重要的生命活动不可缺少的信息分子,具有神奇的生理调节功能。

关于 NO 在采后的研究,已有报道认为外源 NO 处

理能够提高草莓^[3]、番茄^[4]以及蒜苔^[5]、马铃薯^[6]等果蔬产品的采后品质,可以延缓果蔬体内 VC 水平的变化,但对于贮藏的最佳条件报道较少。现以地产农家韭菜为试材,硝普钠(SNP)为 NO 外源供体,通过不同浓度、不同处理时间下测定 VC 的含量来反映保鲜效果。

1 材料与方法

1.1 试验材料

当地农家新鲜韭菜;主要试剂(全为分析纯):SNP (Sodium nitroprusside, SNP)购自 Sigma 公司;1 mg/mL 抗坏血酸溶液;2,6-二氯酚钠;2%草酸;高岭土。主要仪器设备:低温离心机 GL-20G-II(上海安亭科学仪器厂制造),LRH-250 生化培养箱(上海-恒科科技有限公

第一作者简介:周春丽(1979-),女,在读博士,讲师,现主要从事功能性食品研究工作。

基金项目:江西省教育厅科技资助项目(GJJ10249)。

收稿日期:2011-10-31

[6] 药用植物及制剂进出口绿色行业标准 WM/T2-2004[S]. 北京:中国标准出版社,2004.

[7] 李茵萍,刘丛,张亚萍,等.微波消解-原子吸收光谱法测定桑叶中微

量元素[J].光谱实验室,2007,24(3):428-430.

[8] 黄坚,倪静斌.中药中微量元素锌、铜、铁、锰的研究[J].广东微量元素科学,1997,4(9):13.

Determination of Microelements in Ginkgo Leaves by Flame Atomic Absorption Spectrometry

QIN Gong-wei, GENG Jing-zhang, CAO Xiao-yong, JIANG Hai, WEN Bo

(School of Biological Science and Engineering, Shaanxi University of Technology, Bioresources Key Laboratory of Shaanxi Province, Hanzhong, Shaanxi 723001)

Abstract: The content of Fe, Mn, Zn and Cu in Ginkgo leaves were determined by microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry. In this experiment, the content of four microelements including Fe, Mn, Zn and Cu ($\mu\text{g/g}$) was 365.7, 24.3, 13.6, 8.7 respectively in the sample collected from campus of Shaanxi University of Technology; 283.1, 20.7, 10.2, 9.4 respectively in Hantai; 395.0, 30.5, 19.3, 18.0 respectively in Chenggu; 194.4, 25.0, 13.0, 7.7 respectively in Nanzheng and 194.4, 27.0, 12.1, 8.4 respectively in Mianxian; the limit of determination was Fe 0.015, Mn 0.019, Zn 0.0062 and Cu 0.006 $\mu\text{g/mL}$; the rate of recovery was 92%~110%. The content of four elements was Fe>Mn>Zn>Cu in the same samples, and the content was higher in Chenggu than others.

Key words: ginkgo leaves; microwave digestion; flame atomic absorption spectrometry; microelements