

离子色谱法测定金莲花中多种阴离子研究

包雪英¹, 刘艳秦²

(1. 河北旅游职业学院, 河北 承德 067000; 2. 承德市自来水公司, 河北 承德 067000)

摘要:以金莲花为试材, 采用超声法提取金莲花阴离子, 并利用离子色谱法测定金莲花中 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 4 种阴离子。结果表明: 金莲花中的 4 种阴离子经过 80℃ 在超声波作用下水浴浸提 20 min, IonPac AS14A 色谱柱分离, 8 mmol/L Na_2CO_3 + 1 mmol/L $NaHCO_3$ 为淋洗液, 流速为 1.00 mL/min。该方法的线性相关系数达到 0.999 以上, 回收率为 89.70%~105.35%, 各组分的检出限为 0.02~0.04 mg/L。该方法操作简便, 准确可靠, 可用于实际金莲花样品无机阴离子含量的测定。

关键词:离子色谱法; 金莲花; F^- ; Cl^- ; NO_3^- ; SO_4^{2-} ; 测定

中图分类号:S 681.9 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2012)23-0168-02

金莲花(*Trdlius chinensis* Bunqe) 属毛茛科金莲花属一年生或多年生草本植物, 又名金芙蓉、金梅草等, 味苦、性寒、无毒, 产地河北承德、内蒙等。富含生物碱、黄酮类物质。金莲花茶属天然绿色保健饮品, 口味纯正, 甘甜爽冽, 汤色金黄, 沏后花朵绽开, 具有观赏性, 可单独沏饮, 具有清热解毒、滋阴降火、养阴清热和消炎杀菌的作用, 长期饮用可清咽润喉, 提神醒脑, 对慢性咽炎、喉炎、扁桃体炎和声音嘶哑者有消炎、预防和治疗作用, 对从事播音、声乐、教育和通讯等语音职业者有特殊的保健治疗作用。

金莲花中除含各种微量元素外, 还含有 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 等阴离子, 这些阴离子浓度的大小与人体的健康密切相关, 因此对金莲花中的阴离子进行检测非常重要。传统的紫外分光光度法测定阴离子, 存在测定周期长、操作繁琐等缺点, 现采用超声法提取金莲花样品中的无机阴离子, 再采用离子色谱法可在一次测定中完成对金莲花中多种阴离子的同时测定, 操作简单快速, 灵敏准确, 重现性好。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试金莲花样品购于超市或采于承德围场坝上。离子色谱仪(DX-ICS1500 型), 配电导检测器(美国戴安公司), Milli-Q 超纯水器(Millipore Corporation); C_{18} 柱; 超声波清洗器; 恒温水浴锅; 电子天平; F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 标准溶液: 1 000 $\mu g/mL$, 国家标准物质研究中心; 所用溶液均用 Milli-Q 制 18.2 m Ω 超纯水配制。

第一作者简介:包雪英(1969-), 女, 本科, 副教授, 现主要从事植物学与植物生理学和遗传学等方面的教学与科研工作。E-mail: swxbxy@163.com.

收稿日期:2012-08-22

1.2 试验方法

1.2.1 样品处理 将在阴凉处晾干的金莲花放入 80℃ 烘箱中干燥 2 h, 充分研磨粉碎, 过 250 μm (60 目) 筛, 准确称取 1.5 g 样品置于小烧杯中, 加入 70 mL 煮沸后的超纯水, 于 80℃ 在超声波作用下水浴浸提 20 min, 然后离心 15 min, 取上清液 5 mL, 稀释至 50 mL。过 C_{18} 柱进行纯化, 收集中间的流出液, 再经 0.22 μm 一次性微孔滤膜过滤, 即得到样品溶液。

1.2.2 标准溶液配制 分别取 4 种的阴离子标准溶液于 50 mL 容量瓶中定容, 配制成质量浓度为 F^- : 10 mg/L, Cl^- : 100 mg/L, NO_3^- : 10 mg/L, SO_4^{2-} : 100 mg/L 的混合标准储备液。

1.2.3 色谱条件 阴离子分析柱: IonPac AS14A; 阴离子保护柱: IonPac AG14A; 阴离子抑制器: ASRS300-4mm; 淋洗液: 8 mmol/L Na_2CO_3 + 1 mmol/L $NaHCO_3$; 淋洗液流速: 1.00 mL/min; 以保留时间定性, 峰面积定量。

2 结果与分析

2.1 浸提时间和浸提方式对金莲花中各阴离子浸出的影响

将金莲花分别用沸水浸提、室温超声浸提、超声波 80℃ 浸提, 时间均为 20 min, 结果表明, 超声波 80℃ 浸提的浸出率较高, 其次是沸水浸提, 室温浸提的浸出率最低。对超声波 80℃ 水浴下经 10、15、20、30 min 的浸提液进行比较, 发现其浸出率在 20 min 时达到较高水平, 并形成了平衡状态。该试验选择 80℃ 水浴浸提 20 min 作为浸提条件。

2.2 标准曲线与检出限

吸取不同体积的 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 标准储备液, 用超纯水配制一系列不同浓度 4 种阴离子的混合标准溶液, 在选定色谱条件下, 测定不同阴离子的峰面积, 得到标准曲线回归方程。

在选定的色谱条件下,测定阴离子混合标准溶液,平行进样6次,考察检测方法的精密度,经计算其相对标准偏差均小于1.5%,表明仪器与方法都是十分稳定,精密度良好。4种阴离子的线性方程、线性范围、相关系数、检出限见表1。

表1 方法的回归方程、检出限、相关系数

峰号	阴离子	保留时间 /min	线性方程	检出限 /mg·L ⁻¹	线性范围 /mg·L ⁻¹	相关系数
1	F ⁻	3.35	$Y=0.263X-0.022$	0.02	0.10~20.00	0.9997
2	Cl ⁻	4.85	$Y=0.171X-0.007$	0.04	0.20~22.00	0.9994
3	NO ₃ ⁻	7.70	$Y=0.391X+0.002$	0.02	0.02~4.00	0.9995
4	SO ₄ ²⁻	13.40	$Y=0.119X+0.006$	0.04	1.00~25.00	0.9995

从表1可以看出,该方法具有很宽的线性范围和很低的检出限,线性相关系数达到0.999以上。

2.3 标准溶液与实际金莲花样品的色谱图

比较混合标准溶液色谱图(图1)和实际金莲花样品

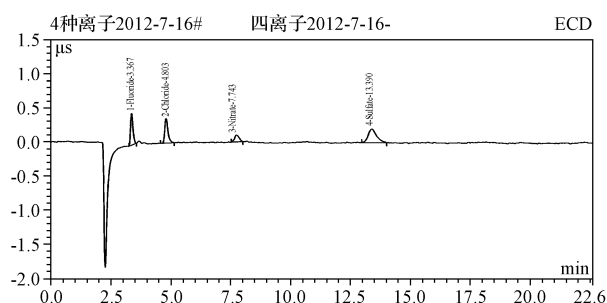


图1 混合标准溶液色谱图

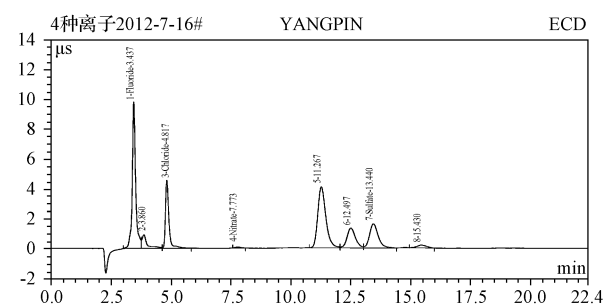


图2 金莲花样品的色谱图

的色谱图(图2),可看到此方法对4种阴离子的分离检测效果较好,各组分的保留时间一致。

2.4 加标回收率试验

采用标准加入法,测定金莲花原样及加标样浓度值,计算4种阴离子的加标回收率(各做5次平行),结果见表2。由表2可知,平均加标回收率为89.70%~105.35%,相对标准偏差为0.60%~1.71%,表明该方法准确度较高。

表2 金莲花中4种阴离子的加标回收率(n=5)

阴离子	本底值 /mg·L ⁻¹	加标量 /mg·L ⁻¹	测定值 /mg·L ⁻¹	回收率 /%	RSD /%
F ⁻	4.995	2.0	6.789	89.70	1.71
Cl ⁻	4.001	2.0	6.044	102.15	0.60
NO ₃ ⁻	0.057	3.0	2.984	97.57	0.91
SO ₄ ²⁻	8.710	2.0	10.817	105.35	0.62

2.5 样品检测结果

按照确定的离子色谱检测条件,对自采和市售的金莲花样品进行测定,结果见表3。

表3 金莲花样品中4种阴离子的测定值

金莲花样品	F ⁻	Cl ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻
承德围场坝上自采	6.257	4.448	0.032	5.692
超市采购	4.995	4.001	0.057	8.710

3 结论

综上所述,该方法用超声波80℃浸提,Na₂CO₃+NaHCO₃梯度淋洗测定金莲花中F⁻、Cl⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻4种阴离子,具有快速、准确等优点,具有较好的选择性和重现性,对鉴别金莲花的品质具有重要参考价值。

参考文献

- [1] 江锦花,蔡郁蓓.离子色谱法测定茶叶中阴离子含量研究[J].光谱实验室,2005,22(2):404-405.
- [2] 石元值,杨亦扬,阮建云,等.用离子色谱法同时测定茶叶中F⁻、Cl⁻、SO₄²⁻、NO₃⁻[J].食品科学,2008,29(3):383-385.
- [3] 虞苏行,吴名剑,李辉,等.离子色谱法同时测定烟叶中的6种无机阴离子[J].烟草科技,2006(11):37-41.
- [4] 黄芳,吴晓霞,刘燕晓,等.离子色谱法同时测定茶叶中多种阴离子[J].化学分析计量,2011(1):65-67.

Study on Determination of Inorganic Anions in *Trdliius chinensis* by Ion Chromatography

BAO Xue-ying¹, LIU Yan-qin²

(1. Hebei Tourism Vocational College, Chengde, Hebei 067000; 2. Chengde City Water Company, Chengde, Hebei 067000)

Abstract: Taking *Trdliius chinensis* Bunge as material, anions were extracted by ultrasonic method, and F⁻, Cl⁻, NO₃⁻, SO₄²⁻ in *Trdliius chinensis* were determined by ion-chromatography. The results showed that 4 anions in the samples were extracted ultrasonically with water for 20 min, at 80℃. The separation of 4 anions was performed on IonPac AS14A analytic column with an eluent containing 8 mmol/L Na₂CO₃+1 mmol/L NaHCO₃, and the flow rate as 1.00 mL/min. The correlation coefficients were superior to 0.999, and the recoveries were 89.70%~105.35%, the detection limits of these anions were in the range of 0.02~0.04 mg/L. The method was simple and accurate and could be applied in the analysis of *Trdliius chinensis* samples.

Key words: ion-chromatography; *Trdliius chinensis*; F⁻; Cl⁻; NO₃⁻; SO₄²⁻; simultaneous analysis