

**МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ЛЕКАРСТВЕННЫХ РАСТЕНИЙ
ФЛОРЫ СИБИРИ**

Е.С. Рабцевич, А.Обухова

Научный руководитель: профессор, д.т.н. В.И. Отмахов

Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Россия, г.Томск, пр. Ленина, 36, 634050

E-mail: evgenia882-a@mail.ru

THE TECHNIQUE FOR ELEMENTAL ANALYSIS OF SIBERIA MEDICINAL PLANTS

E.S. Rabcevich, A.Obuhova

Scientific Supervisor: Prof., Dr. V.I.Otmahov

Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050

E-mail: evgenia882-a@mail.ru

***Abstract.** The development of methods for medicinal plants analysis on regulated impurities are presented in this work. Physical-chemical researches were carried out on the preparation stage to evaluate matrix influence. We have offered the way how to take into account matrix influence using certified reference material. Pre-certification procedure was carried out.*

Введение. Последние десятилетия особое внимание уделяется препаратам на основе растительного сырья. В состав растений входит набор неорганических компонентов, которые играют важную роль в формировании фармакологического эффекта и обладают собственной активностью.

Методы исследования. Количественное определение макро- и микроэлементов в концентратах растений проводили методом ДАЭС [1,2] с использованием комплекса «Гранд», включающего спектроаналитический генератор «Везувий-3», полихроматор «Роуланд» и многоканальный анализатор эмиссионных спектров (МАЭС), (НПО «Оптоэлектроника», Россия). Для исследования состава зольных остатков растений, с целью устранения матричных влияний на стадии пробоподготовки и для проведения сличительных испытаний при оценке правильности использованы следующие методы: масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой – ИСП-МС (Agilent 7500cx, Agilent Technologies, США), атомно-абсорбционная спектрометрия – ААС (Solaar серии S, Thermoelectron, США), ИК-спектроскопия с использованием Фурье спектрометра «Nicolet 6700» и рентгенофазовый анализ (РФА) с использованием дифрактометра Rigaku MiniFlex 600 (CuK – излучение).

Экспериментальная часть. На начальном этапе создания методики анализа растений проведено определение макрокомпонентов. Из ранее проведенных исследований можно сделать вывод, о том, что зола растений состоит из следующих элементов (в порядке их убывания в пробах):K>Ca>Mg>Si>P>. Причем содержание калия и кальция значительно превосходит содержание других элементов.

Анализируя результаты содержания матричных элементов, можно предположить, что при анализе микрокомпонентов при небольшой степени разбавления можно ожидать мешающее влияние элементов основы: калия и кальция. Для учета матричных влияний необходимо установить молекулярный и фазовый состав зольного остатка растений.

С помощью ИК-спектроскопии с использованием Фурье спектрометра «Nicolet 6700» установлен анионный состав зольного остатка. Результаты ИК-спектроскопии показали, что в составе зольного остатка содержатся карбонат-ионы CO_3^{2-} и фосфат-ионы PO_4^{3-} . [3]

Таким образом, можно предположить, что зольный остаток растений состоит из карбонатов калия и кальция с примесями фосфатов. В этом же виде, предположительно, находятся все остальные элементы. Фазовый состав зольного остатка растения *Bergenia crassifolia* определённый с помощью рентгено-фазового анализа, указывает на присутствие в пробе карбонатов калия и кальция с примесями фосфатов. Таким образом, на основании физико-химических исследований можно сделать вывод о том, что зольные остатки в основном состоят из карбонатов калия и кальция.

Исследование влияния матрицы проводилось на модельных смесях, которые соответствовали реальной пробе разбавленной 1:10. Предварительно были исследованы кривые «испарения - возбуждения», путем развертки спектра во времени. В большинстве случаев процесс поступления атомов в зону разряда, носит ступенчатый характер, в особенности для проб без введения матрицы. С введением матрицы кинетические максимумы уменьшаются и сглаживаются, что может быть обусловлено протеканием высокотемпературных термохимических реакций матрицы с графитом входящим в состав пробы.

Поскольку все-таки, содержание калия в золе растений преобладает, рекомендовано в состав стандартных образцов для устранения матричных влияний вводить катион калия путем накапывания в кратер электродов с навесками стандартов спиртового раствора карбоната калия (5% по катиону).

Предлагаемый способ устранения матричного влияния при определении микропримесей проверен на стандартном образце листа березы ЛБ-1. (таблица 1)

Таблица 1

Содержание микроэлементов (мкг/г) в стандартном образце ЛБ-1 с учетом введения корректирующей добавки K_2CO_3 ($n=10$, $P=0,95$) $t_{\text{табл}}=2,28$

Элемент	Аттестованное значение	С (без K_2CO_3)	С (с введением K_2CO_3)	$t_{\text{ксп}}$
B	50,0	22,0	57,6	2,24
Cd	0,16	0,24	0,15	0,25
Co	0,79	0,49	0,72	1,24
Cr	4,30	2,60	4,46	2,20
Cu	7,30	9,86	7,38	0,11
Mo	0,160	0,070	0,158	0,14
Ni	5,80	2,74	6,25	1,67
Pb	3,70	2,20	3,01	1,17
Ti	59	26	67	2,12
V	2,10	3,27	2,69	2,28
W	0,300	0,480	0,336	2,04
Zr	5,50	3,44	5,19	1,65

Из таблицы 1, видно, что предлагаемый способ корректировки при определении микропримесей входящих в состав растений может быть использован для устранения матричных влияний.

В соответствии с нормативным документом (по РМГ-61-2010) проведена предварительная метрологическая аттестация методики. Результаты представлены в таблице 2.

Таблица 2

Результаты метрологической аттестации методики

Элемент	Диапазон, мкг/г	Δ_c , мкг/г	σ_{Rm} , мкг/г	Δ , мкг/г	δ , %	R, мкг/г
Al	500–1000	55,7	24,0	73,0	8,0	66,5
Ba	100–500	13,7	15,0	32,0	13,0	41,5
Ca	1000–20000	н.з.	1018,0	1995,0	13,0	2820,0
Mn	600–1200	н.з.	26,0	51,0	5,0	72,0
P	1500–2000	149,0	94,0	237,0	13,0	260,0
Si	100–5000	232,0	153,0	379,0	13,0	424,0
B	30–70	н.з.	3,5	7,0	12,0	9,6
Ni	3–7	0,8	0,3	1,0	15,0	0,8
Ti	30–70	4,7	4,5	10,0	15,0	12,5
Zn	80–130	н.з.	3,4	6,7	5,0	9,4
Zr	3–7	0,25	0,18	0,40	8,00	0,50
K (ПФ)	5000–20000	н.з.	471	923	13	1304
Na (ПФ)	150–250	н.з.	10,0	20	11	28
Li (ПФ)	0,5–1,5	н.з.	0,03	0,05	4,00	0,08

По разработанной методике проведены анализы лекарственных растений, таких как – мелисса, эвкалипт, шалфей, ромашка, лабазник.

Выводы. На основании проделанной работы предложен способ пробоподготовки, позволяющий учесть матричные влияния и проводить анализы с удовлетворительными метрологическими характеристиками, изучен состав зольных остатков растений и проведена метрологическая аттестация методики выполнения измерений массовой доли макро- и микроэлементов в зольном остатке лекарственных растений.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Отмахов В.И., Петрова Е.В. Дуговой атомно-эмиссионный спектральный анализ лекарственных растений // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2012. – Т. 78. – №1 (II). – С. 82–85.
2. Отмахов В.И., Петрова Е.В. Оптимизация условий проведения атомно-эмиссионного спектрального анализа порошковых проб сложного состава // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2012. – Т. 78. – № 1 (II). С. 82–85.
3. Шелег Е.С., Рабцевич Е.С., Овчинникова О.К. Разработка методики анализа лекарственных растений на регламентируемые примеси // Современные техника и технологии: материалы XXI международной научной конференции. – Томск, 2015. – Т. 2 – С. 152–154.