

# 微波消解原子吸收法测定中药及中成药中砷、铜的含量

AAS-038

**摘要：**参考 2010 年《中国药典》，采用微波消解原子吸收法测定了中药及中成药中砷、铜的含量，结果表明，两个元素线性关系良好。砷在 0 ~ 30 μg/L 范围内相关系数  $r=0.9999$ ；铜在 0 ~ 1.0 mg/L 范围内相关系数  $r=1.0000$ 。两种元素的检出限在 0.08 ~ 0.012 mg/L 之间，加标回收率在 94.0 ~ 96.2% 之间， $RSD < 3\%$ 。该方法可满足中药及中成药中微量砷和铜的测定。

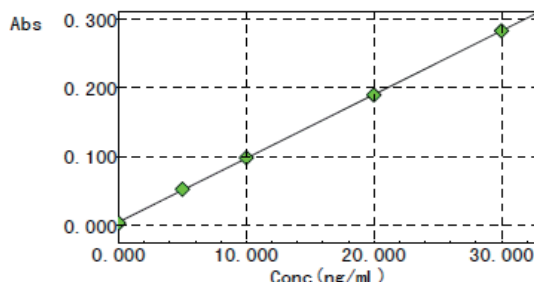
**关键词：**中药中国药典原子吸收

砷和铜是对人体有害的重金属元素，过量的砷会在人体的肝、肾、脾、毛发中蓄积，从而引起慢性砷中毒；而作为人体必需微量元素的铜，如果人体过量摄入量，可能引起贫血等症状，甚至对肝脏造成损害。由于环境污染，造成一些动植物中不同程度地富集重金属。因此在中药的研制、生产和外销中，重金属含量一直为人们所关注。2010 版《中国药典》对中药中砷、铜的限量指标为： $As < 2 \text{ mg/Kg}$ ； $Cu < 20 \text{ mg/Kg}$ 。本文依据 2010 版《中国药典》，采用微波消解处理样品，原子吸收法对甘草、白芍以及市场上中成药进行测定。砷元素采用氢化物方式测定；铜元素采用火焰方式测定。

铜：波长 324.8 nm，狭缝宽 0.7 nm，点灯方式 BGC-D<sub>2</sub>，灯电流 8 mA

## 2.2 标准曲线

配制 0.0, 5.0, 10.0, 20.0 和 30.0 μg/L 砷的标准溶液，利用氢化物发生器 HVG-1，依次进样测定，得到图 1，元素砷的工作曲线。



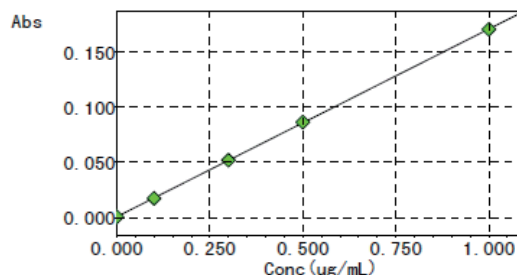
$$\text{Abs} = 0.0092933 \text{Conc} + 0.0045474$$

$$r = 0.9999$$

图 1 砷元素标准曲线

在 0.00 ~ 30.00 μg/L 浓度范围内，砷的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为  $r=0.9999$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得铅的方法检出限分别为：0.08 μg/L。

配制 0.0, 0.1, 0.3, 0.5 和 1.0 mg/L 铜的标准溶液，用火焰法依次进样测定，得到图 1，元素铜的工作曲线。



$$\text{Abs} = 0.16947 \text{Conc} + 0.00096210$$

$$r = 1.0000$$

图 2 铜元素标准曲线

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计  
氢化物发生器 HVG-1(岛津)

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品（30% 硝酸浸泡 24 小时）；实验所用酸均为优级纯试剂；氢氧化钠和硼氢化钠为分析纯试剂；实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

将甘草、白芍和银翘解毒片样品分别称量约 0.3 g，置于聚四氟乙烯消解罐内，加入硝酸 10 mL，混匀，浸泡过夜，盖好内盖，旋紧外套，置于微波消解炉内，进行消解（按仪器规定的消解程序操作）。消解完全后，将消解罐置于电热板上，180℃ 缓缓加热至红棕色蒸气挥尽并近干，用 2% 硝酸转入 25 mL 容量瓶中，定容至刻度，摇匀，待测。同法制备样品空白。

## 结果与讨论

### 2.1 仪器工作参数

砷：波长 193.7 nm，狭缝宽 0.7 nm，点灯方式 BGC-D<sub>2</sub>，灯电流 12 mA

在 0.1 ~ 1.0 mg/L 浓度范围内, 铜的浓度与吸光度有着良好的线性关系, 相关系数为  $r=0.9999$ 。按照实验方法, 对空白溶液重复测定 11 次, 根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得铜的方法检出限分别为: 0.012 mg/L。

## 2.2 样品测定结果

分别称取甘草、白芍样品及银翘解毒片各一份, 微波消解定容后, 分别测定试样中的砷含量, 其结果见表 1。

表 1 中药及中成药中砷和铜的分析结果

元素	样品名称	称样量 (g)	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 (mg/Kg)	RSD (%)
As	甘草	0.3010	7.18	0.59	0.20
	白芍	0.3021	8.44	0.68	0.51
	银翘解毒片	0.3019	4.50	0.37	1.14
元素	样品名称	称样量 (g)	测定结果 (mg/L)	样品含量 (mg/Kg)	RSD (%)
Cu	甘草	0.3010	0.22	18.58	2.43
	白芍	0.3021	0.071	58.55	0.81
	银翘解毒片	0.3019	0.054	4.50	1.66

## 2.3 加标回收实验

以同样的方法进行前处理, 对甘草样品进行了加标回收率实验, 其结果见表 2。

表 2 样品的回收率

元素	加标前 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
As	7.18	10.00	16.82	96.2
元素	加标前 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后 (mg/L)	回收率 (%)
Cu	0.22	0.50	0.69	94.0

## ■ 结论

本文参考 2010 年《中国药典》, 采用微波消解原子吸收法测定了中药及中成药样品中砷的含量。该方法操作简便, 检测限低, 回收率好, 可满足中药及中成药中有害元素砷和铜的检测。