

# ICP-AES 法测定矿物性中药滑石粉中的金属元素

ICP-048

**摘要：**本文参考 2010 年《中国药典》，湿法消解滑石粉矿物性药品，利用全谱型 ICP-AES 测定了滑石粉中的金属元素。实验结果表明：各元素的相关系数  $r > 0.99992$ ，加标回收率在 92.0% ~ 106.4% 之间，RSD 小于 3.32%。该方法操作简便、快速，样品前处理简单，可以满足《中国药典》对矿物性药品中金属元素的测定要求。

**关键词：**中国药典 ICP-AES 矿物性中药 滑石粉

食品级滑石粉隶属于中药中的一味矿物性药剂，味甘淡、性寒有清热利尿，敛汗祛痒之功效。一般用于胶囊（药丸）药物中，可以稀释药剂、增加药丸表面刚性爽滑度及降低成本。

《中国药典》2010 版一部对某些矿物类中药的重金

属限量做了规定。滑石粉标准项下规定了重金属限量总量  $< 40 \text{ mg/kg}$ ，砷盐  $< 2 \text{ mg/kg}$ 。本文参考 2010 年《中国药典》对重金属元素测定方法规程，湿法消解滑石粉样品，采用内标法，利用岛津公司全谱直读型 ICPE-9000 发射光谱仪测定了样品中金属元素含量。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃材料，用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用盐酸为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

准确称取 2.0 g（精确至 0.1 mg）滑石粉样品置于三角烧瓶内，缓慢加入 25 mL 5% 的盐酸，置于电热板上加热回流 2 小时，冷却，将溶液转移至 100 mL 容量瓶内，加入内标元素 Y，浓度为 1.0 mg/L，用超纯水定容至刻度，取 15 mL 溶液离心后取清液待测。同法制备样品空白溶液和样品加标溶液。

## 结果与讨论

### 2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	等离子气 (L/min)	辅助气 (L/min)	载气 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频功率 (kW)
轴向	同心	Mini	旋流	10	0.6	0.5	27.12	1.2

### 2.2 标准曲线

配制各元素的混合标准溶液，加入内标 Y，其浓度为 1.0 mg/L，用 1.25% 的盐酸定容至 50 mL，混合标准溶液浓度系列为 0, 0.01, 0.05, 0.10, 0.50, 1.0, 5.0 mg/L。

各元素标准曲线见图 1~ 16。

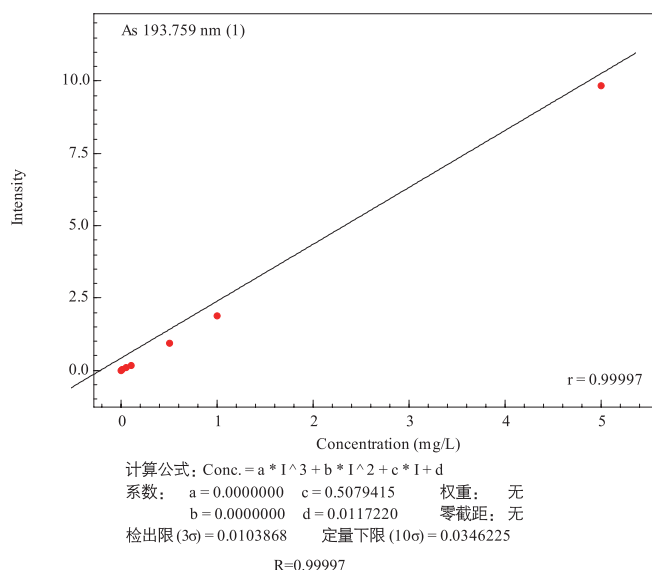


图 1As 元素的标准曲线图

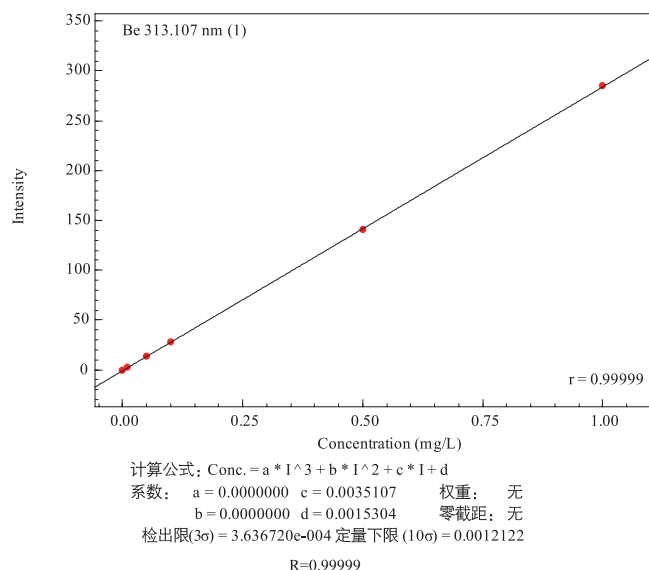


图 2Be 元素的标准曲线图

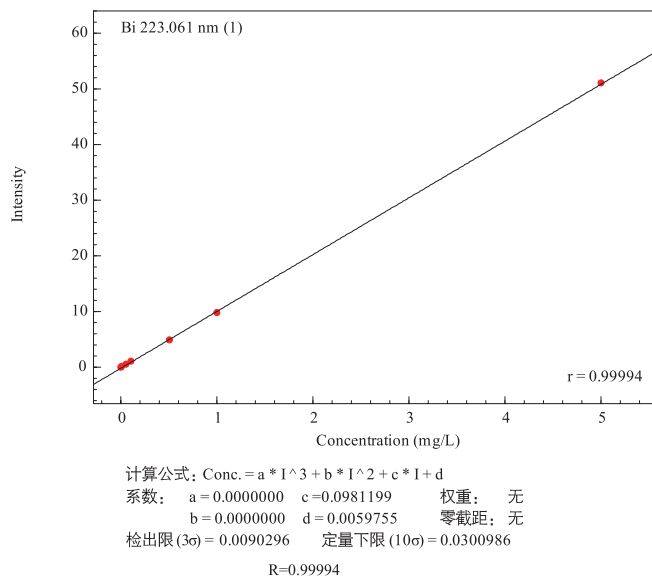


图 3Bi 元素的标准曲线图

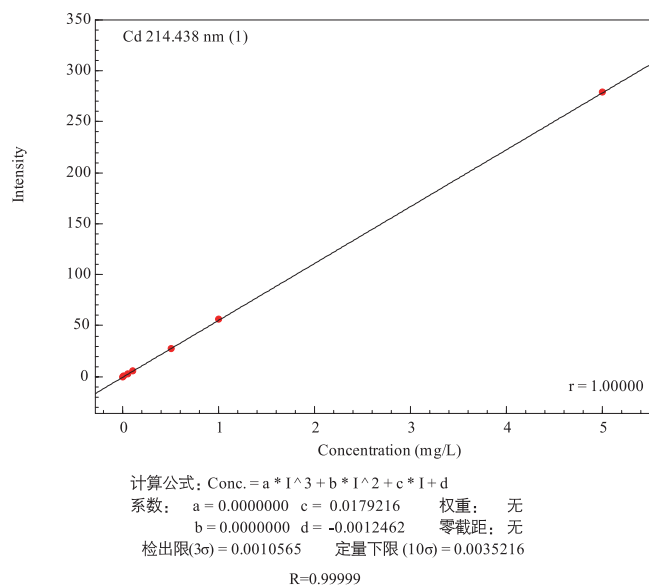


图 4Cd 元素的标准曲线图

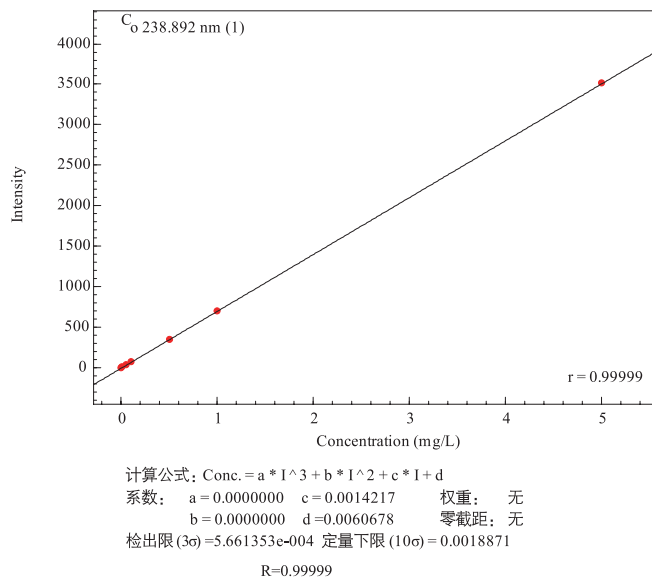


图 5Co 元素的标准曲线图

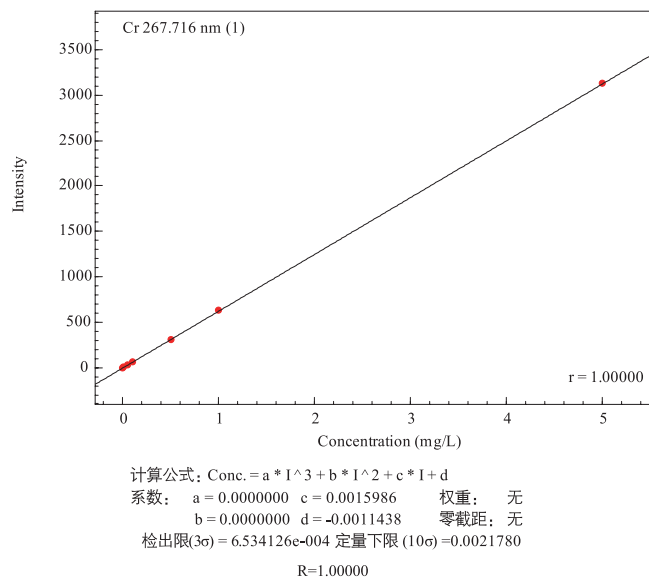
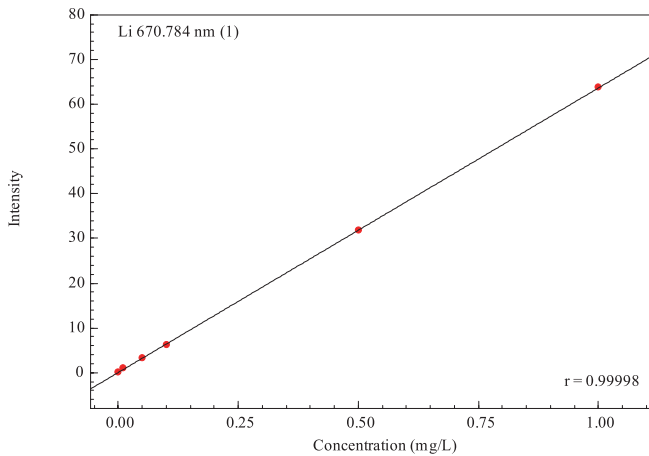
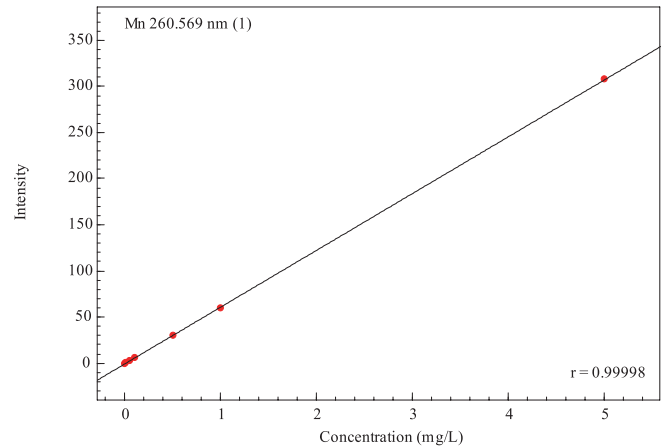


图 6Cr 元素的标准曲线图



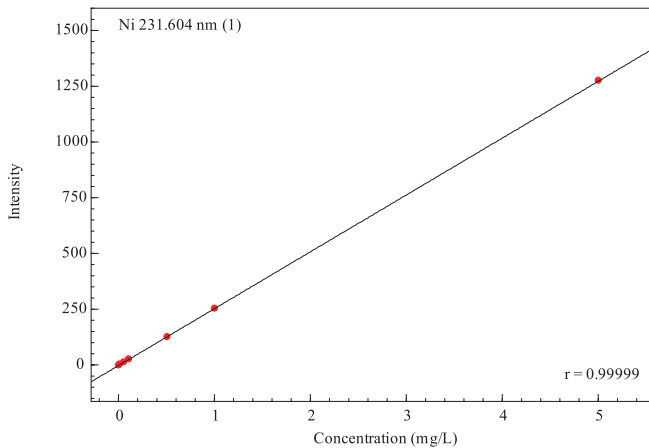
计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0157276$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = -0.0023482$  零截距: 无  
 检出限(3 $\sigma$ ) = 0.0017836 定量下限(10 $\sigma$ ) = 0.0059454  
 R=0.99998

图 7Li 元素的标准曲线图



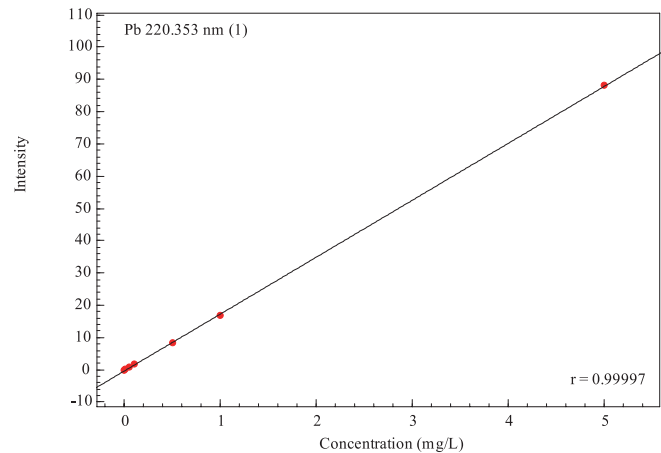
计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0162406$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = 0.0049412$  零截距: 无  
 检出限(3 $\sigma$ ) = 1.161491e-004 定量下限(10 $\sigma$ ) = 3.871637e-004  
 R=0.99999

图 8Mn 元素的标准曲线图



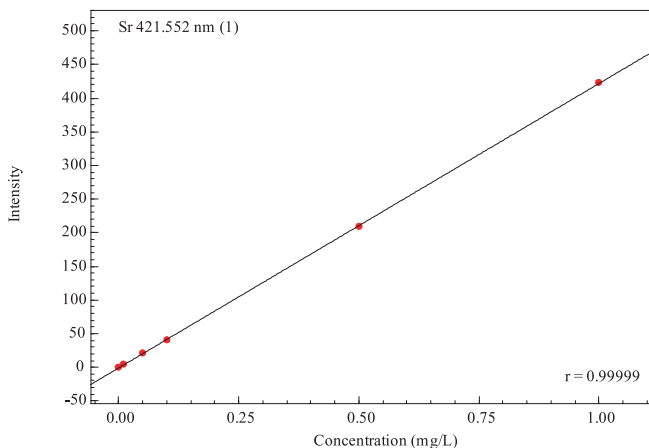
计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0039150$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = 0.0038013$  零截距: 无  
 检出限(3 $\sigma$ ) = 7.464045e-004 定量下限(10 $\sigma$ ) = 0.0024880  
 R=0.99999

图 9Ni 元素的标准曲线图



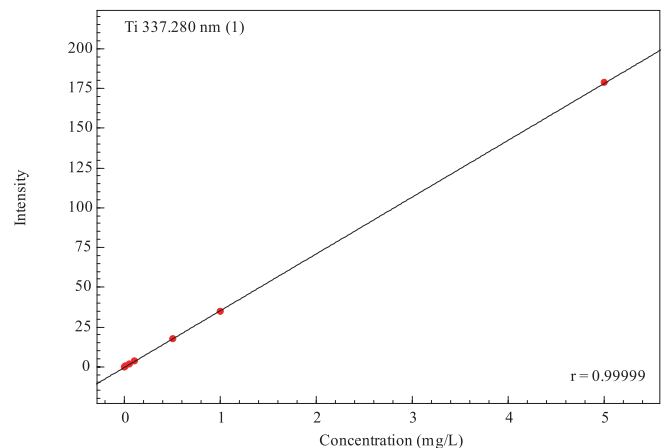
计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0567038$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = 0.0107876$  零截距: 无  
 检出限(3 $\sigma$ ) = 0.0027234 定量下限(10 $\sigma$ ) = 0.0090780  
 R=0.99997

图 10Pb 元素的标准曲线图



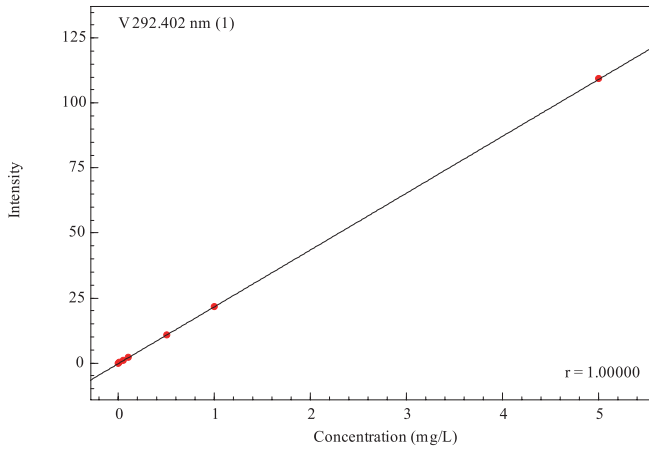
计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0023663$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = 3.383442e-004$  零截距: 无  
 检出限(3 $\sigma$ ) = 0.0013707 定量下限(10 $\sigma$ ) = 0.0045690  
 R=0.99999

图 11Sr 元素的标准曲线图



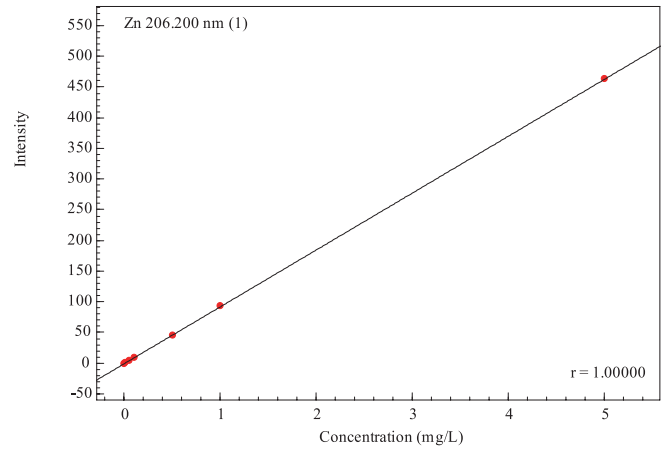
计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0279878$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = 0.0025998$  零截距: 无  
 检出限(3 $\sigma$ ) = 7.770484e-004 定量下限(10 $\sigma$ ) = 0.0025902  
 R=0.99999

图 12Ti 元素的标准曲线图



计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0457175$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = 4.818636e-004$  零截距: 无  
 检出限(3 $\sigma$ ) = 5.244896e-004 定量下限(10 $\sigma$ ) = 0.0017483  
 R=1.00000

图 13V 元素的标准曲线图



计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 0.0107863$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = 3.184225e-004$  零截距: 无  
 检出限(3 $\sigma$ ) = 8.903838e-004 定量下限(10 $\sigma$ ) = 0.0029679  
 R=0.99992

图 14Zn 元素的标准曲线图

由各元素的标准曲线可以看出, 在 0.00 ~ 5.0 mg/L 浓度范围内, 各元素标准曲线有着良好的线性关系, 相关系数为 r 在 0.99992~1.00000 之间。

## 2.4 谱线轮廓图

各元素谱峰轮廓见图 17~ 33。

As 193.759 Best

条件 1

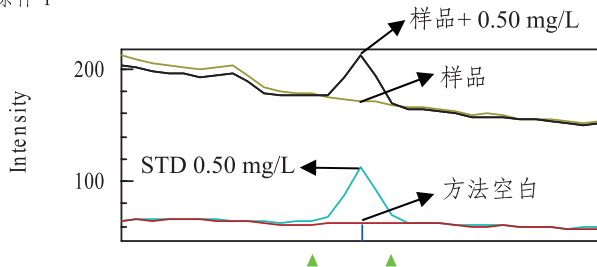


图 15As 谱峰轮廓图

Be 313.107 Best

条件 1

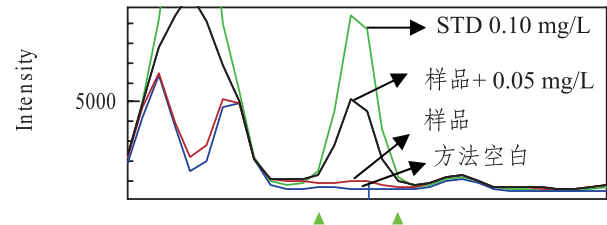


图 16Be 谱峰轮廓图

Bi 223.061 Best

条件1

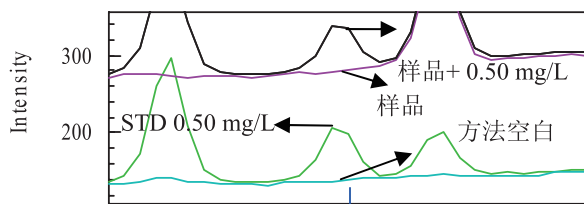


图 17Bi 谱峰轮廓图

Cd 214.438 Best

条件1

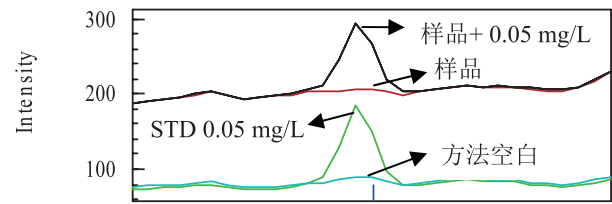


图 18Cd 谱峰轮廓图

## 2.5 方法检出限

按照实验方法,对空白溶液重复测定 10 次,取 3 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得各元素在溶液中的检出限;取 10 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得各元素在溶液中的测定下限;根据样品的称样量及定容体积,求得该方法的检出限及方法测定下限,见表 2。

表 2 各元素的检出限和测定下限

分析元素	分析波长 (nm)	溶液检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	溶液测定下限 ( $\mu\text{g/L}$ )	方法检出限 (mg/kg)	方法测定下限 (mg/kg)
As	193.759	10.39	34.62	0.52	1.73
Be	313.107	0.36	1.21	0.02	0.06
Bi	223.061	9.02	30.1	0.45	1.51
Cd	214.438	1.06	3.52	0.05	0.18
Co	238.892	0.57	1.89	0.03	0.09
Cr	267.716	0.59	1.96	0.03	0.10
Li	670.784	1.78	5.95	0.08	0.26
Mn	260.569	0.12	0.39	0.01	0.02
Ni	231.604	0.75	2.49	0.04	0.12
Pb	220.353	2.72	9.08	0.14	0.45
Sr	421.552	1.37	4.57	0.07	0.23
Ti	337.28	0.78	2.59	0.04	0.13
V	292.402	0.52	1.75	0.03	0.09
Zn	206.2	0.89	2.97	0.04	0.15

## 2.6 分析结果

应用本方法测定市购矿物药样品,每个样品重复测定 3 次,其结果见表 3。

表 3 分析结果

元素	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD (n=3) (%)	样品含量 (mg/kg)	元素	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD (n=3) (%)	样品含量 (mg/kg)
As	N.D	--	N.D	Mn	477	0.43	26.65
Be	3.80	0.34	0.19	Ni	33.20	1.35	1.65
Bi	N.D	--	N.D	Pb	30.30	2.28	1.50
Cd	N.D	--	N.D	Sr	168	0.30	8.32
Co	34.40	0.79	1.70	Ti	1224	0.30	56.1
Cr	89.70	0.65	4.44	V	62.10	0.27	3.08
Li	67.90	1.78	3.36	Zn	17.00	1.43	0.84

## 2.7 方法准确度和精密度实验

为了验证本方法的准确性，以同样的方法进行前处理，称取滑石粉平行样 2 份，分别向其中加入 2.5 mg/kg 和 25 mg/kg 的混合标准溶液，对滑石粉样品进行加标回收率实验；并对同一样品重复测定 3 次，确定方法的精密度，其结果见表 4。

表 4 样品加标回收率和精密度

元素名称	添加前 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	添加后 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (%)	元素名称	添加前 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	添加后 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (%)
As	N.D	2.5	2.32	92.6	3.32	Mn	26.7	--	--	--	--
		25	26.1	104.4	1.06			25	51.3	98.6	0.81
Be	0.19	2.5	2.53	101.3	1.36	Ni	1.65	2.5	4.19	101.6	0.
		25	25.9	103.7	0.94			25	26.7	100.2	0.35
Bi	N.D	2.5	2.42	96.7	2.40	Pb	1.50	2.5	3.80	92.0	0.76
		25	25.2	100.7	1.41			25	25.30	95.2	0.13
Cd	N.D	2.5	2.30	92.2	1.45	Sr	8.32	2.5	10.9	103.2	0.35
		25	24.2	96.9	0.69			25	33.9	102.3	0.10
Co	1.70	2.5	4.14	97.6	0.87	Ti	56.1	--	--	--	--
		25	26.3	98.4	0.18			25	82.0	103.6	0.85
Cr	4.44	2.5	6.95	100.4	0.47	V	3.08	2.5	5.74	106.4	0.65
		25	30.4	103.8	0.23			25	27.9	99.3	0.66
Li	3.36	2.5	5.98	104.8	2.20	Zn	0.84	--	--	--	--
		25	28.3	99.8	1.54			25	25.7	99.4	0.85

结果表明，矿物药品各元素加标回收率在 92.0% ~ 106.4% 之间；相对标准偏差小于 3.32%，即该方法的实验数据准确可靠。

## 结论

采用岛津公司电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 测定矿物药中金属元素含量。各元素线性关系及重复性良好，定量准确。线性相关系数在 0.99956~1.0000，加标回收率在 92.0% ~ 106.4% 之间，RSD 小于 3.32%。该方法操作简便、快速，样品前处理简单，可以快速测定矿物药品中金属元素含量。