

# 微波消解氢化物发生-原子吸收法测定中药及中成药中砷的含量

**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的含量，结果表明，两个元素线性关系良好。砷在0~30  $\mu\text{g/L}$ 范围内相关系数 $r=0.9999$ 。检测数据稳定可靠，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 氢化物

砷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。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》对中药中砷的限量指标为： $\text{As}<2 \text{ mg/Kg}$ 。本文依据2010版《中国药典》，采用微波消解处理样品，氢化物发生-原子吸收法对甘草、白芍以及市场上中成药中的砷元素进行测定。

## 1. 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，将消解罐置于电加热板上，180℃缓缓加热至红棕色蒸气挥尽并近干，用5%盐酸转入25 mL容量瓶中。加入10 g/L硫脲溶液5 mL，定容至刻度，摇匀，待反应30分钟后测定。同法制备样品空白

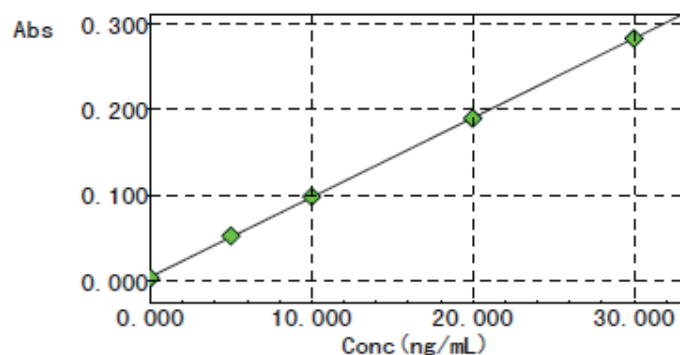
## 2. 结果与讨论

### 2.1 仪器工作参数

砷元素：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。

### 2.2 标准曲线

配制0.0, 5.0, 10.0, 20.0和30.0  $\mu\text{g/L}$ 砷的标准溶液，用与样品同样的方法加入硫脲溶液，静置30分钟后，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  $\mu\text{g/L}$ 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  $\mu\text{g/L}$ 。

### 2.3 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

### 2.4 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

## 3. 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的检测。