

# 微波消解石墨炉原子吸收法测定中药中铅、镉的含量

**摘要:** 参考2010年《中国药典》，采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了中药中铅、镉的含量，结果表明，铅元素在0~30 μg/L范围内，相关系数 $r=0.9999$ ，方法检出限为0.08 μg/L，加标回收率为96.2%；镉元素在0~2 μg/L范围内，相关系数 $r=0.9998$ ，方法检出限为0.02 μg/L，加标回收率为102.0%。该方法可满足中药中微量铅镉元素的测定。

**关键词:** 中药 2010 药典 原子吸收 石墨炉

铅、镉是对人体有害的金属元素。铅、镉超标对人的大脑、神经系统、生殖系统、内脏、骨骼有严重损害。由于环境污染等原因，中药重金属含量超标的问题日益显著。不仅降低了中药质量，还制约了中药的出口，因此对中药中重金属进行控制十分必要。2010版《中国药典》对中药中铅、镉元素的限量指标为： $Pb < 5 \text{ mg/Kg}$ ； $Cd < 0.3 \text{ mg/Kg}$ 。本文依据2010版《中国药典》，采用微波消解对样品进行前处理，硝酸钼作为基体改进剂，石墨炉原子吸收法对甘草、白芍中药样品进行铅和镉的测定。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

岛津AA-7000原子吸收分光光度计

### 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、硝酸钼等均为优级纯试剂；实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

将甘草、白芍样品分别称量约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。

## 2. 结果与讨论

### 2.1 仪器工作参数

配制Pb的标准溶液。采用高密石墨管，仪器稳定后，按表1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表1 铅测定仪器工作条件

元素	波长 (nm)	光谱 通带 (nm)	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
				温度 (℃)	时间 (s)	温度 (℃)	时间 (s)	温度 (℃)	时间 (s)	温度 (℃)	时间 (s)
Pb	283.3	0.7	10	150	20	600	10	2400	2	2500	2

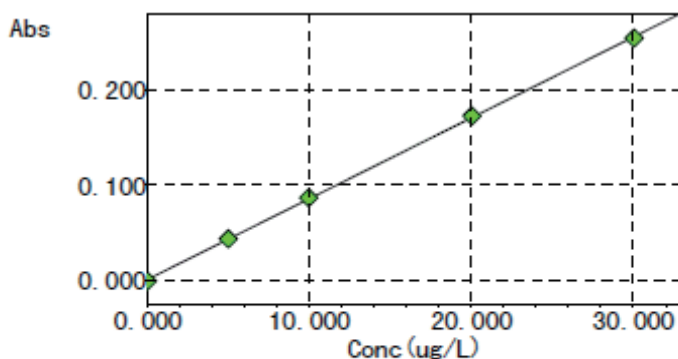
配制Cd的标准溶液。采用高密石墨管，仪器稳定后，按表2 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表2 镉测定仪器工作条件

元素	波长 (nm)	光谱 通带 (nm)	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
				温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Cd	228.8	0.7	8	150	20	500	10	2200	2	2400	2

## 2.2 标准曲线

配制0.0, 5.0, 10.0, 20.0和30.0 μg/L铅的标准溶液，依次进样测定，得到图1，元素铅的工作曲线。



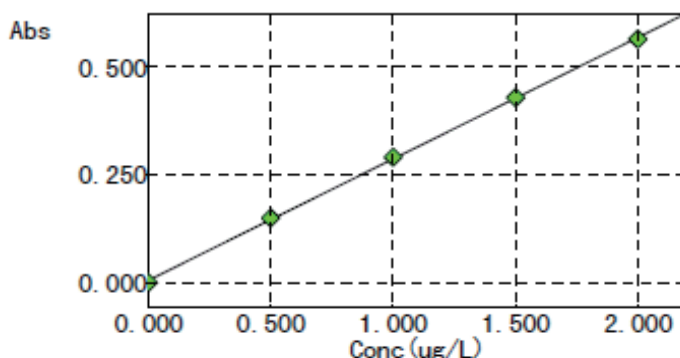
$$\text{Abs} = 0.0084733\text{Conc} + 0.0011425$$

$$r = 0.9999$$

图1 铅元素标准曲线

在0.0 ~ 30.0 μg/L浓度范围内，铅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为：0.08 μg/L。

配制0.0, 0.5, 1.0, 1.5和2.0 μg/L镉的标准溶液，依次进样测定，得到图2，元素镉的工作曲线。



$$\text{Abs} = 0.28174\text{Conc} + 0.0051200$$

$$r = 0.9998$$

图2 镉元素标准曲线

在0.00 ~ 2.00 μg/L浓度范围内，镉的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为r=0.9998。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为：0.02 μg/L。

### 2.3 样品测定结果

分别称取白芍、甘草样品各一份，微波消解定容后，分别测定试样中的铅和镉的含量。铅元素测定，样品进样10  $\mu\text{L}$ ，同时基体改进剂（100 mg/L硝酸钡溶液）进样5  $\mu\text{L}$ ；镉元素测定，进样20  $\mu\text{L}$ ，同时基体改进剂（100 mg/L硝酸钡溶液）进样10  $\mu\text{L}$ 。其结果见表3。

表3 中药中铅、镉的分析结果

元素	样品名称	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 (mg/Kg)	RSD (%)
Pb	甘草	19.62	1.63	1.56
	白芍	2.89	0.24	0.44
Cd	甘草	0.59	0.048	0.70
	白芍	0.70	0.057	0.88

### 2.4 加标回收实验

以同样的方法进行前处理，对白芍样品进行了加标回收率实验，其结果见表4。

表4 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 (%)
Pb	2.89	5.0	7.70	96.2
Cd	0.70	1.0	1.72	102.0

## 3. 结论

本文参考2010年版《中国药典》，采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了甘草、白芍等中药样品中铅、镉的含量。该方法操作简便，检测限低，回收率好，可满足中药中有害元素铅、镉的检测。