

湿法消解原子吸收石墨炉法测定空心胶囊和明胶中的铬含量

摘要: 本文改进2010年《中国药典》胶囊中铬含量的测定方法,大大缩短了样品前处理的时间。结果表明,在0~12 μg/L范围内线性关系良好,相关系数 $r=0.9995$,方法检出限为0.19 μg/L,加标回收率在89.6~104.0%之间,该方法可满足药用空心胶囊和明胶中微量铬元素的测定。

关键词: 胶囊 明胶 铬 湿法消解 药典 原子吸收 石墨炉

空心胶囊中的铬含量超标事件不断被曝光,主要是因为其原料使用不当,部分厂家采用的是工业明胶。药用胶囊中铬超标之后会对人的身体健康带来危害,这关系着每一个生命的安危。2010版药典规定了铬的检测方法,微波消解+石墨炉原子吸收测定,但胶囊易溶于酸,不需要微波消解的高温、高压条件;另外,微波消解即耗时又不能大批量处理样品,如果购买大批消解罐,则增加了成本;微波消解罐的清洗困难,样品空白容易偏高。使用湿法消解处理样品成功解决了上述问题,本文对此做了加标回收率等方面的研究,结果满足测试要求。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津AA-6300C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,用超纯水冲洗干净,烘干);实验所用酸均为优级纯试剂(国产),实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取0.5 g左右空心胶囊和明胶于100 mL烧杯,加入5 mL硝酸和2 mL过氧化氢,把烧杯放置在加热板上(170℃)加热1.2h左右,冷却,用纯水转入50 mL量瓶中,定容至刻度,摇匀,取上清液待测。同法制备空白。

2. 结果与讨论

2.1 仪器工作参数

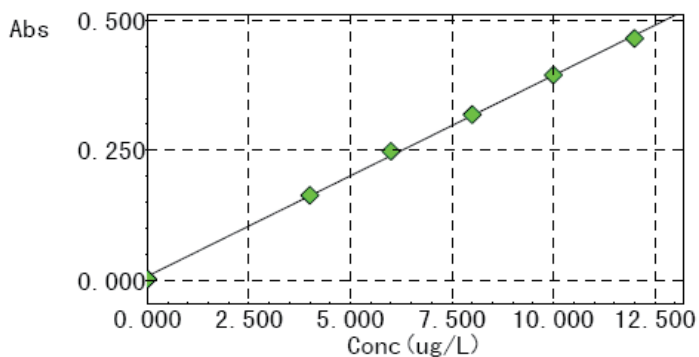
波长357.9 nm,狭缝宽0.7 nm,点灯方式BGC-D₂,灯电流10 mA,热解石墨管,石墨炉升温程序见表1。

表1 石墨炉升温程序

升温步骤	温度(°C)	时间(s)	加热方式	灵敏度	气体流量(L/min)
1	130	24	RAMP	REGULAR	0.1
2	250	10	RAMP	REGULAR	0.1
3	800	10	RAMP	REGULAR	1
4	800	10	STEP	REGULAR	1
5	800	3	STEP	HIGH	0
6	2300	3	STEP	HIGH	0
7	2600	2	STEP	REGULAR	1

2.2 标准曲线

本文配制20.00 μg/L铬的标准溶液，利用软件自动稀释功能（稀释剂为2%硝酸水溶液）配制0、4、6、8、10、12 μg/L得到铬元素的工作曲线，如图1，因稀释剂本身有吸收值，利用软件的BLK功能扣除水与酸的吸收。



$$\text{Abs}=0.038664\text{Conc}+0.0074429$$

$$r=0.9995$$

图1 铬元素标准曲线

在0.00 ~ 12.00 μg/L浓度范围内，铬的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9995$ 。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铬的方法检出限分别为：0.19 μg/L。

2.3 样品测定结果

分别称取胶囊和明胶样品，经样品前处理定容后，分别测定试样中铬的含量，其结果见表2。

表2 样品中铬元素的分析结果

样品名称	称样量 (g)	测定结果 (μg/L)	样品含量 (mg/Kg)	RSD (%)
210119 (胶囊)	0.5018	2.82	0.28	2.21
210143 (胶囊)	0.5127	3.32	0.32	1.34
11110-2 (明胶)	0.5093	4.34	0.43	0.94

注：样品含量=测定结果*V/称样量/1000，其中，V=50 mL

2.4 加标回收实验

以同样的方法进行前处理，对两款胶囊和一款明胶样品做了加标回收率实验，其结果见表3。

表3 胶囊样品的回收率

样品名称	加标前 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标后 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
210119 (胶囊)	2.82	5.00	7.71	97.8
210143 (胶囊)	3.32	5.00	7.80	89.6
11110-2 (明胶)	4.34	5.00	9.55	104.0

3. 结论

本文参考2010版《中国药典》，采用湿法消解处理样品，测定了空心胶囊和明胶中铬的含量。该方法操作简便，检测限低，回收率好，可以满足大批量胶囊和片剂用明胶中铬的检测，作为一种筛选方法有效降低了成本，节约了时间，加强了抽检工作和检测工作的有效连接，确保了质量控制的有序进行。