

中药重金属检测--ICP-AES应用数据

微波消解ICPE-9000测定空心软胶囊中的铬含量

摘要：采用微波消解仪消解空心软胶囊样品，用ICPE-9000电感耦合等离子体发射光谱仪测定空心软胶囊样品中的铬（Cr）含量，结果表明：在 0~100 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性关系良好，相关系数 $r=0.99996$ ；方法检出限为0.07 mg/kg，测定下限为0.24 mg/kg，加标回收率在102~104%之间。该方法可满足中国药典对空心胶囊中铬分析限值 2 mg/kg 的要求。

关键词：中国药典 铬 空心胶囊 ICP-AES

胶囊和片剂用明胶为动物(包括鱼和家禽)胶原蛋白不完全酸水解(A型)、碱水解(B型)或酶降解后纯化得到的制品，是上述3种不同型明胶的混合物。但有部分不良厂家利用工业明胶代替食用明胶，制取工业明胶时需要使用含铬鞣制剂，往往导致铬残留，从而引发目前大家关注的热点即：食用空心胶囊铬超标现象。

铬对人体有较大的毒性，环境中低浓度的铬会引起亚急性慢性中毒，粉尘还会引起肺炎、溃疡、肺癌等疾病。

2010年《中国药典》规定了空心胶囊的检测方法：微波消解+电热板赶酸+AAS测定，该方法前处理部分较繁琐，可能会导致操作误差。本文采用微波消解仪消解样品，无需赶酸，直接用ICPE9000测定药用空心软胶囊中的铬含量。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津ICPE9000电感耦合等离子体发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃制品及聚四氟乙烯消解罐皆用20% 硝酸浸泡24小时；实验所用酸均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.2.1 铬标准储备液： $\rho=1000 \text{ mg/L}$

1.2.2 铬标准中间液： $\rho=10 \text{ mg/L}$

1.2.3 铬标准使用液： $\rho=0.1 \text{ mg/L}$

1.3 样品的前处理

将软胶囊中的液体药剂挤出，并用无尘纸擦干，称取 0.5 g 空心软胶囊，置于聚四氟乙烯消解罐内，加入 8 mL 硝酸，混匀，盖好内盖，浸泡过夜。将消解罐旋紧外套，置于微波消解炉内，进行消解（微波消解升温程序见表1）。消解完成后，待消解罐冷却至室温，然后将其移至通风橱内；缓缓摇动消解罐，至红棕色气体挥发完全；将溶液转移至 25 mL 容量瓶内，用超纯水定容至刻度。过滤沉淀（钛白粉），滤液待测。同法制备样品空白溶液。

表1 微波消解升温程序

Step	Time (hh:mm:ss)	Power (watt)	Temp1 (°C)	Temp2 (°C)	Pressure (bar)
1	00:05:00	800	120	90	20
2	00:02:00	800	120	90	20
3	00:05:00	800	150	90	30
4	00:05:00	800	150	90	30

2. 结果与讨论

2.1 仪器的工作参数

仪器的工作参数见表2。

表2 仪器的工作参数

观测方向	辅助气流速 (L/min)	冷却气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHZ)	高频输出功率 (KW)
轴向	0.6	10	0.7	27.12	1.2

2.2 标准曲线

配制 0.00, 10.00, 30.00, 60.00 和 100.00 $\mu\text{g/L}$ 铬标准溶液, 用20%的硝酸定容至50 mL, 待测。其标准曲线见图1。

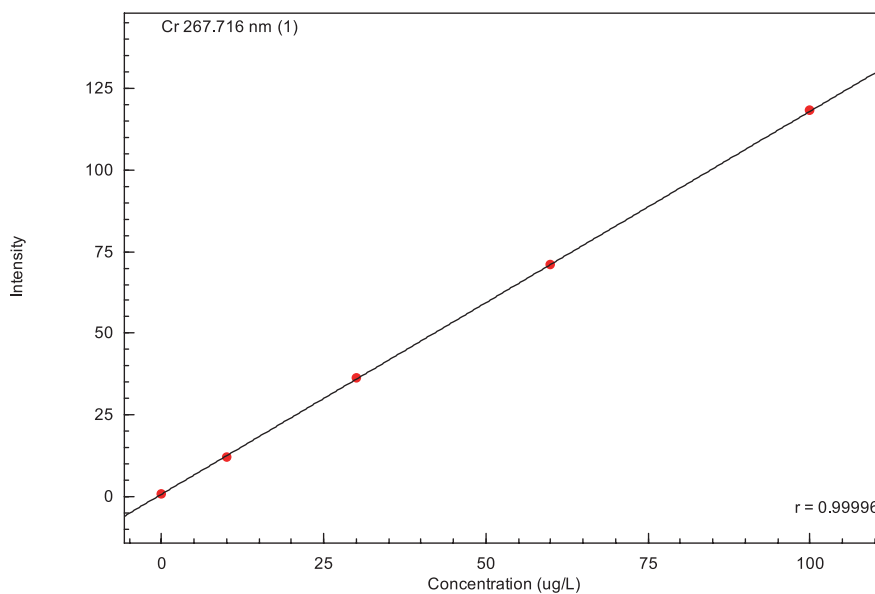


图1 铬元素的标准曲线

由铬元素的标准曲线可以看出, 在 0.00 ~ 100.00 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内, 铬的浓度与强度有着良好的线性关系, 相关系数为 $r=0.99996$ 。

2.3 谱线轮廓图

Cr 267.716

条件1

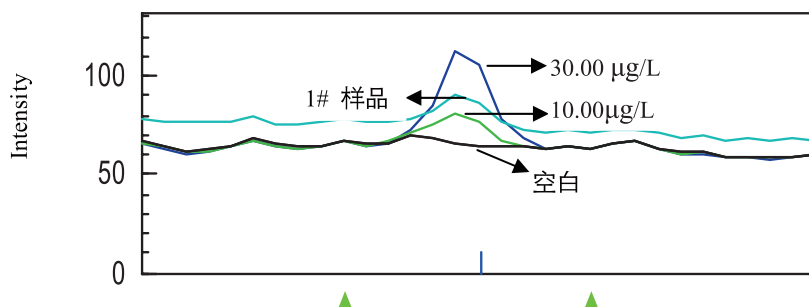


图2 铬元素谱线轮廓图

2.4 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定10次，取3倍的标准偏差除以曲线斜率求得铬元素在溶液中的检出限为 1.42 $\mu\text{g/L}$ ；取10倍的标准偏差除以曲线斜率求得铬元素在溶液中的测定下限为 4.74 $\mu\text{g/L}$ ；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定量下限，见表3。

表3 铬元素的检出限和测定下限

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)
1.42	4.74	0.07	0.24

铬元素的方法检出限为 0.07 mg/kg ，方法测定下限为 0.24 mg/kg ，该方法完全可以满足2010年《中国药典》对空心胶囊中铬元素分析限值 2.00 mg/kg 的要求。

2.5 样品测定结果

称取软胶囊平行样2份，测定铬元素的含量，求其平均值，其测定结果见表4。

表4 空心软胶囊样品中铬元素的分析结果

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/kg)	RSD (%)	样品含量 平均值 (mg/kg)
软胶囊 1#	0.5021	25	9.20	0.458	3.78	0.47
软胶囊 2#	0.5048	25	9.56	0.473	2.55	

结果表明，本次分析的空心软胶囊样品中铬的含量为0.47 mg/kg ，小于限量值2.00 mg/kg 。

2.6 加标回收率实验

以同样的方法进行前处理，称取软胶囊平行样品2份，分别向其中加入10.00 $\mu\text{g/L}$ 和20.00 $\mu\text{g/L}$ 铬标准溶液，对软胶囊样品进行加标回收率实验，其结果见表5。

表5 空心软胶囊样品中铬元素的回收率

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	总测定值 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
软胶囊 3#	0.5097	25	9.48	10.00	19.52	104
软胶囊 4#	0.5003	25	9.32	20.00	29.72	102

结果表明，空心软胶囊样品中铬元素加标回收率在102 ~ 104 %。

3. 结论

本文参考2010年《中国药典》，采用微波消解仪消解空心软胶囊样品，直接用ICPE-9000电感耦合等离子体发射光谱仪测定空心软胶囊样品中的铬含量。该方法前处理操作简单，样品经微波消解后无需赶酸，可直接进行测定；而且该方法检测限低，稳定性好，回收率高，可以满足空心胶囊样品中铬含量的测定。