

# 湿法消解石墨炉原子吸收法测定 药用空心胶囊和明胶中的铬含量

AAS-025

**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  $\mu\text{g/L}$  范围内线性关系良好,相关系数  $r=0.9995$ ,方法检出限为 0.19  $\mu\text{g/L}$ ,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,微波消解既耗时又不能大批量做样,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。

## ■ 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 $^{\circ}\text{C}$ )加热 1.2h 左右,冷却,用纯水转入 50mL 量瓶中,定容至刻度,摇匀,取上清液待测。同法制备空白。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 仪器工作参数

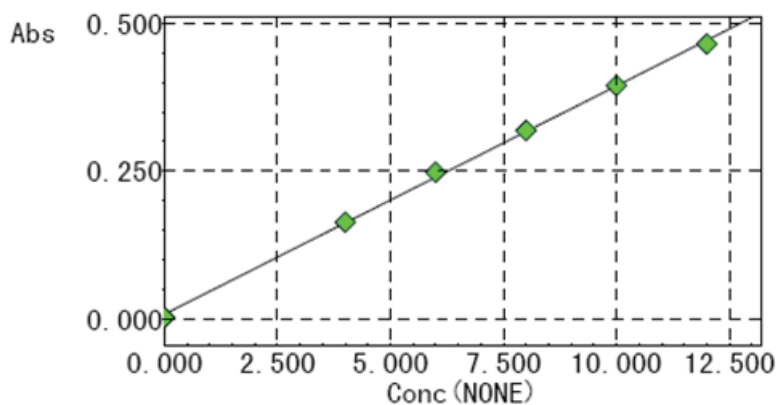
波长 357.9 nm,狭缝宽 0.7nm,点灯方式 BGC-D2,灯电流 10 mA,热解石墨管,石墨炉升温程序见表 1。

表 1 石墨炉升温程序

升温步骤	温度( $^{\circ}\text{C}$ )	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  $\mu\text{g/L}$  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  $\mu\text{g/L}$  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  $\mu\text{g/L}$  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  $\mu\text{g/L}$ 。

## 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 ( $\mu\text{g/L}$ )	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

## ■ 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。