

# 微波消解 ICPE-9000 测定空心软胶囊中的铬含量

ICP-024

**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  $\mu\text{g/g}$ ，测定下限为 0.24  $\mu\text{g/g}$ ，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  $\mu\text{g/g}$  的要求。

**关键词：**中国药典 铬 空心胶囊 ICP

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 ICPE-9000 测定药用空心软胶囊中的铬含量。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 电感耦合等离子体发射光谱仪

Milestone Ethos 系列微波消解仪

### 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

## 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	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	同心	Mini	旋流	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 µg/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。

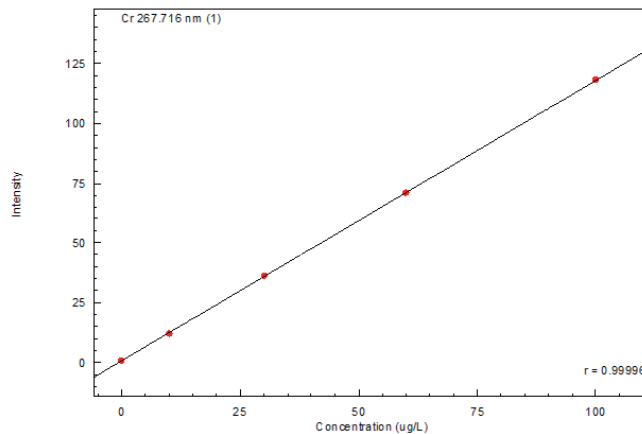


图 1 铬元素的标准曲线

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

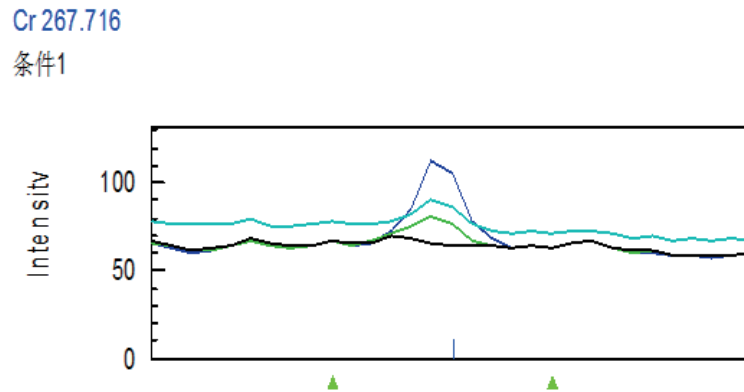


图 2 铬元素谱线轮廓图

### 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 ( $\mu\text{g/g}$ )	方法测定下限 ( $\mu\text{g/g}$ )
1.42	4.74	0.07	0.24

铬元素的方法检出限为 0.07  $\mu\text{g/g}$ , 方法测定下限为 0.24  $\mu\text{g/g}$ , 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  $\mu\text{g/g}$  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 ( $\mu\text{g/g}$ )	RSD (%)	样品含量 平均值 ( $\mu\text{g/g}$ )
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  $\mu\text{g/g}$ , 小于限量值 2.00  $\mu\text{g/g}$ 。

## 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 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%。

## ■ 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。