

# 原子吸收测定活血止痛胶囊药粉中的铅、砷含量

AAS-037

**摘要：**本文采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了活血止痛胶囊药粉中铅、氢化物发生器测定砷的含量。该方法标回收率在 92.8~103.1% 之间，铅的方法检出限小于 0.1 μg/L，砷的方法检出限小于 0.59 μg/L。该方法操作简便，可以满足该类药粉中铅、砷的测定要求。

**关键词：**2010 药典 药粉 铅 砷 石墨炉

4月15日，央视《每周质量报告》曝光，河北一些企业用生石灰给皮革废料进行脱色漂白和清洗，随后熬制成工业明胶，卖给浙江新昌县药用胶囊生产企业，最终流向药品企业。记者调查发现，9家药厂的13个批次药品所用胶囊重金属铬含量超标，其中超标最多的达90多倍。目前，毒胶囊的事件暂告一段落，但药品监管的力度将继续加大，药品的监察将纳入重点监管范围。现代工业和交通运输业的发展，使空气、土壤、水质的铅、砷污染日趋严重，中药材取自于动植物，它们在种植养殖的过程中，很容易受到周围环境的影响，如果土壤、农药等因素中的铅、砷含量较大，就会被动植物吸收，而铅、砷可在动植物体内蓄积，这样就可能造成中药的铅、砷污染。本文参考2010版药典，研究了药粉中铅、砷的测定方法。

## 实验部分

### 1.1 仪器

AA7000 (岛津)

HVG-1 (岛津)

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和消解罐均用硝酸溶液(1+1)浸泡24小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用HNO<sub>3</sub>试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配制Pb的标准溶液。仪器稳定后，采用高密石墨管并按表1仪器工作条件，进样量为20微升，标准曲线法计算结果。

表1 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		清除	
				温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Pb	283.3	0.7	10	150	20	500	10	2100	2	2200	2

配制As的标准溶液，溶解2.5gNaOH和2.0gNaBH<sub>4</sub>，然后加水定容到500mL；取20mLHCL到500mL容量瓶中，加入去离子水定容。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 仪器工作条件

条件	砷
波长 (nm)	193.7
狭缝宽(nm)	0.7
灯电流(mA)	12
扣背景方式	BGC-D2
信号处理方式	峰高
火焰类型	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
燃气流量	2L/min
助燃气流量	15L/min

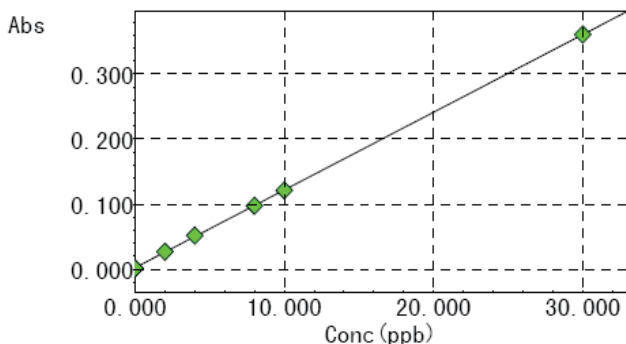
### 1.4 样品的前处理

称量约0.50g左右样品于消解罐中，加入6mLHNO<sub>3</sub>和2mL双氧水，进行微波消解。设置程序15min达到220°C，并且保持60min，冷却至50°C取出消解罐放于电加热板上130°C赶酸至2mL左右，用纯水定容至50mL容量瓶中，待测，同法制备试剂空白溶液。

## 结果讨论

### 2.1 线性方程和检出限

20 μL进样量，对铅工作曲线溶液进行测定，标准曲线如下图：



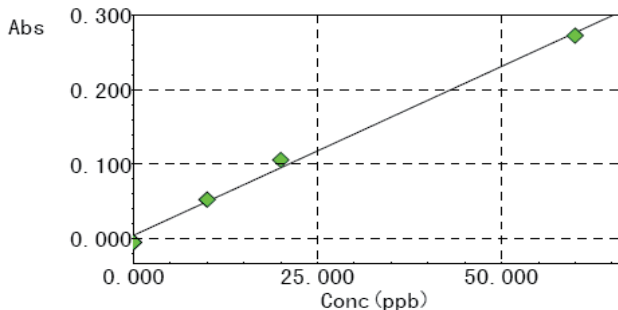
$$\text{Abs} = 0.011945 \text{Conc} + 0.0023785$$

$$r = 1.0000$$

图1 铅的标准曲线

在 0.00 ~ 30.00  $\mu\text{g/L}$  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  $r=1$ 。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分别为: 0.1  $\mu\text{g/L}$ 。

利用氢化物发生器附件火焰法对砷工作曲线溶液进行测定, 标准曲线如下图:



$$\text{Abs} = 0.0045288 \text{Conc} + 0.0046771$$

$$r = 0.9974$$

图2 砷的标准曲线

在 0.00 ~ 60.00  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内, 砷的浓度与吸光度有着良好的线性关系, 相关系数为  $r=0.9974$ 。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砷的方法检出限分别为: 0.59  $\mu\text{g/L}$ 。

## 2.2 样品测定结果

取两份样品, 分别命名 1#、2#, 按照 1.4 中设定的前处理方法定容, 测定试样中的铅、砷的含量, 其结果见表 3。

表 3 药粉中铅元素分析结果

元素	样品名称	称量质量 (g)	测定值 (mg/Kg)	RSD (%)
Pb	1#	0.4972	8.77	2.94
	2#	0.5016	9.10	1.50
As	1#	0.4972	ND	-
	2#	0.5016	ND	-

## 2.3 加标回收实验

取 2 份药粉样品, 以同样的方法进行前处理, 以 2 次平行数据的平均值作为加标前的数值, 进行了加标回收率实验, 其结果见表 4。

表 4 药粉加标回收试验结果

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	18.31	5	22.95	92.8
	18.31	10	28.62	103.1
As	ND	10	9.36	93.6
	ND	20	18.69	93.5

## 结论

本文采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了活血止痛胶囊药粉中铅的含量, 氢化物发生器测定砷的含量, 前处理方法快速、简单, 样品处理完全, 加标回收率在 92.8~103.1% 之间, 该方法操作简便, 可以满足该类药粉中铅、砷的测定要求。