

微波消解 ICP-AES 法测定动物性中药中金属元素

ICP-047

摘要：采用微波消解处理海马、蜈蚣、僵蚕等 3 样品，使用 ICP-AES 进行测定，研究了动物性中药各金属元素的含量。实验结果表明，各元素线性关系及重复性良好，定量准确，回收率在 94.6~113.5% 之间，快速、高效，完全能满足中药金属元素含量的测定要求。

关键词：动物性中药 ICP-AES 微量元素

随着中药产业的发展，中药的安全性问题日益受到国内外的普遍关注。近些年来，中药重金属已成为国内外关注的焦点问题。中药重金属含量超标不仅降低了中药质量、影响了用药的安全性，还制约了中药的出口，因此对中药中重金属进行控制十分必要。解决并控制好中药中重金属的含量，对于提高中药质量、保证用药安全，以及开拓中药的国际市场等均具有重要的意义。最新《中国药典》(2010 年版)，于 2010 年 7 月正式实施。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃ 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取 0.5 g 样品于聚四氟乙烯消解罐中，加入 6 mL 硝酸，预消解 1 小时后，加入 2 mL H₂O₂，待剧烈反应后，放入微波消解仪中，15 min 室温升至 180℃，在 180℃ 保持 20 min，冷却至 30℃ 时取出消解罐，转移溶液至 50 mL 容量瓶中，用超纯水定容。

新版药典进一步提高了对高风险品种的质控要求，进一步加强了对重金属或有害元素、杂质、残留溶剂、抑菌剂等的控制。

本文采用微波消解电感耦合等离子体发射光谱法对海马、蜈蚣、僵蚕等 3 种动物性中药中的重金属以及其它微量元素进行分析，为动物性中药的全面利用和进一步加强金属元素的控制提供科学依据。

结果与讨论

2.1 仪器参数和分析线的选择

根据表 1 制备各元素的混合标准溶液，含 10% 硝酸。

表 1 不同元素标准曲线浓度

元素	浓度(mg/L)			
As	0	0.02	0.1	0.5
Pb	0	0.02	0.1	0.5
Hg	0	0.02	0.1	0.5
Cd	0	0.01	0.05	0.1
Cr	0	0.02	0.1	0.5
Cu	0	0.02	0.1	0.5
Co	0	0.02	0.1	0.5
Mg	0	0.5	2	10
Mn	0	0.1	0.5	2
Zn	0	0.5	2	10
Fe	0	0.5	2	10
Sr	0	0.5	2	10

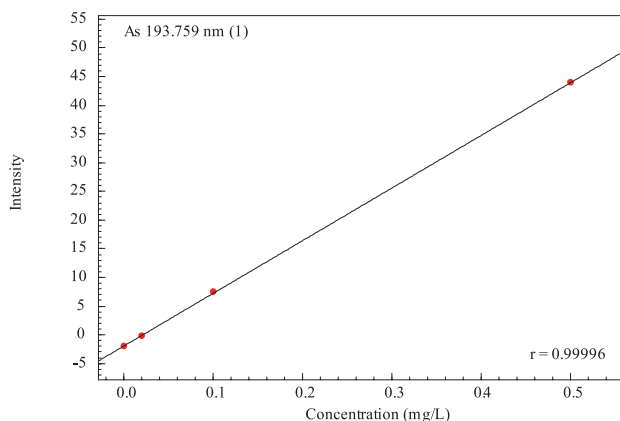
根据不同的元素的灵敏度和在样品中的含量，确定各元素选用观测方式等仪器参数。Zn, Fe, Mg, Sr 等元素在样品中含量较高，使用纵向观测条件；其它金属元素在样品中含量较低，使用灵敏度较高的轴向观测条件。岛津 ICPE-9000 可以轴向、纵向两种方式同时采集数据。按表 2 仪器工作条件，使用标准曲线法计算结果。

表 2 仪器工作条件

雾化器 类型	矩管 类型	雾化室	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)
同心	Mini	旋流	轴向(1)	0.6	10	0.5	27.12	1.2
同心	Mini	旋流	纵向(2)	0.6	10	0.7	27.12	1.2

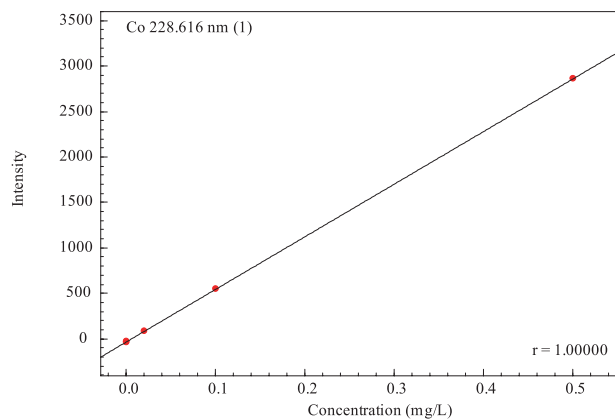
2.2 标准曲线

各元素的标准曲线如下：



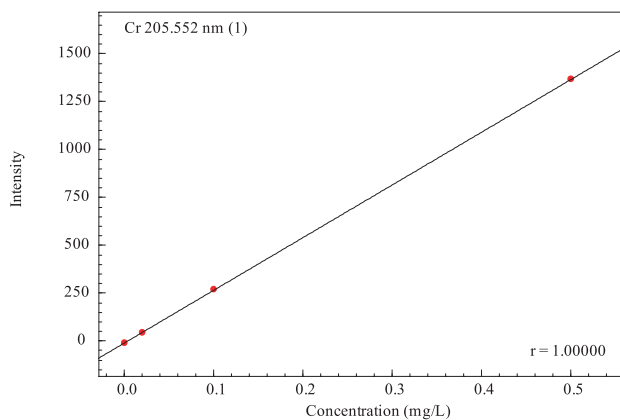
R=0.99996

图 1 砷的标准曲线



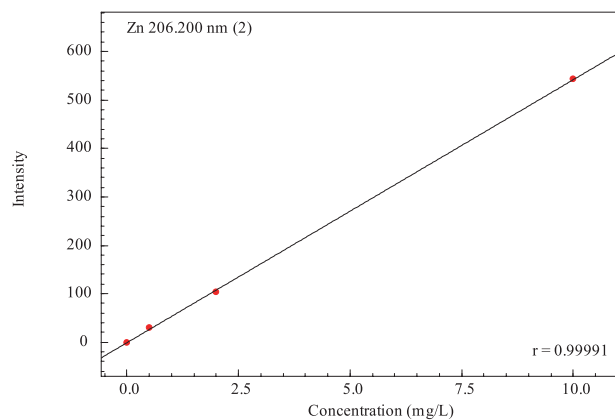
R=1.00000

图 2 钴的标准曲线



R=1.00000

图 3 铬的标准曲线



R=0.99991

图 4 锌的标准曲线

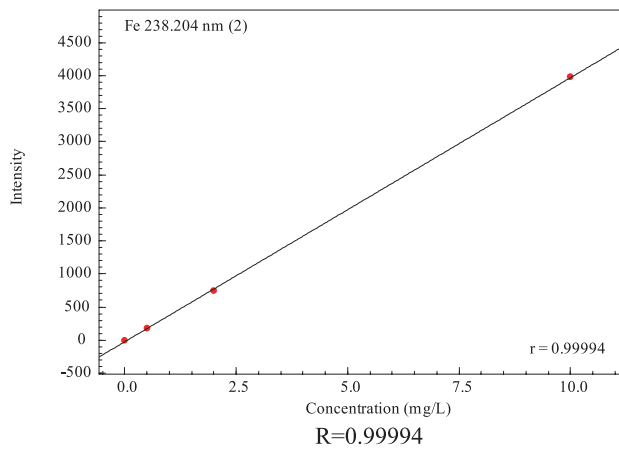


图 5 铁的标准曲线

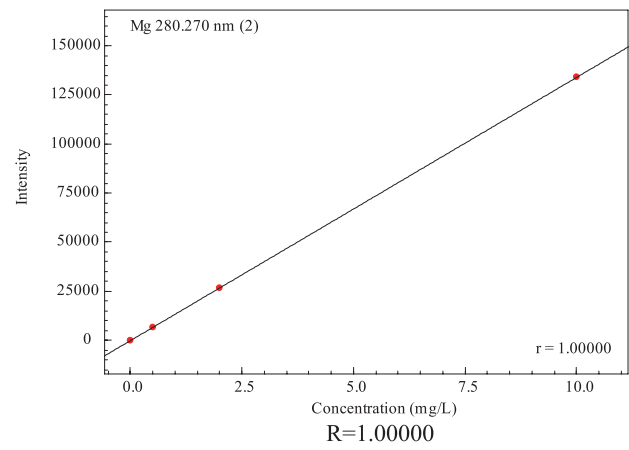


图 6 镁的标准曲线

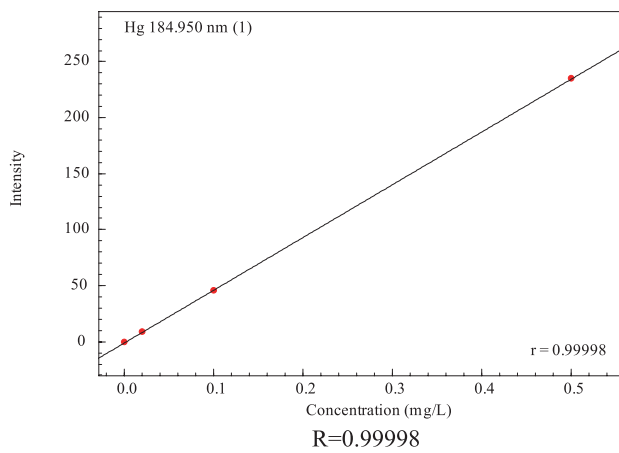


图 7 汞的标准曲线

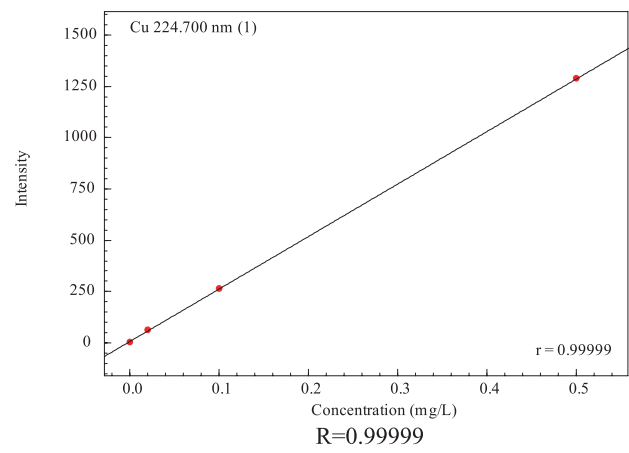


图 8 铜的标准曲线

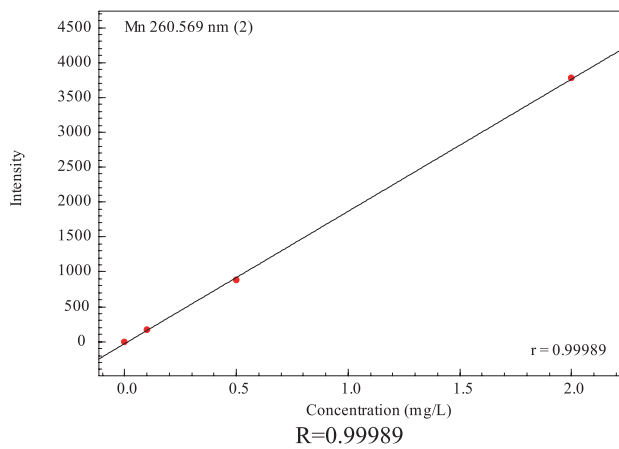


图 9 锰的标准曲线

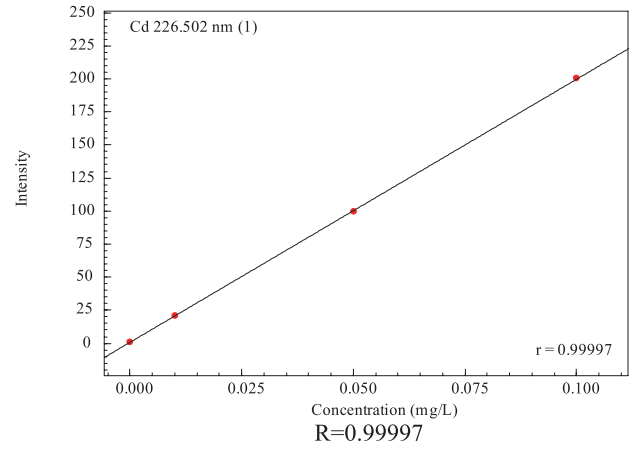


图 10 镉的标准曲线

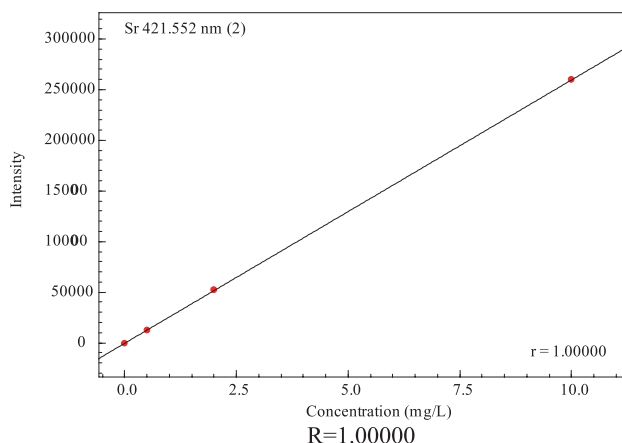


图 11 锶的标准曲线

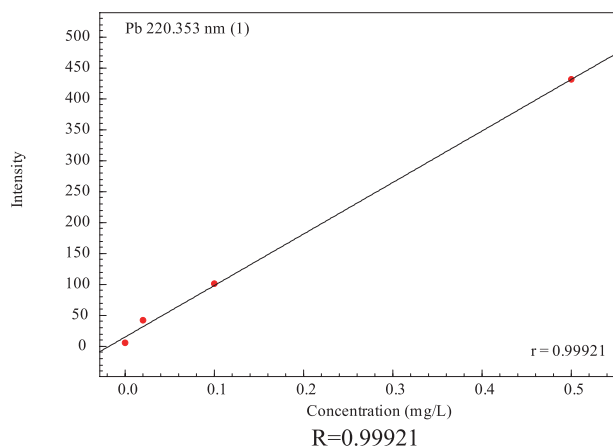


图 12 铅的标准曲线

2.3 方法的检出限

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差除以标准曲线斜率即为各元素的检出限，其结果见表 3。

表 3 检出限

元素名称	As	Hg	Pb	Cr	Co	Cu
检出限(μg/L)	13.0	4.0	3.2	0.79	1.2	2.2
元素名称	Fe	Zn	Mn	Mg	Sr	Cd
检出限(μg/L)	1.9	3.4	0.58	0.66	0.087	1.1

2.4 样品测定结果

按实验方法对送检样品进行分析，分析结果见表 4，并进行了加标回收率实验，其结果见表 5。

表 4 样品分析结果(mg/kg)

样品名称	元素	As	Hg	Pb	Cd	Cr	Cu
海马	测定波长 (nm)	193.759	184.950	220.353	214.438	205.552	224.700
	测定值(mg/kg)	N.D	N.D	17.8	1.41	19.9	N.D
	RSD(%)	-	-	0.43	1.29	0.21	2.05
蜈蚣	测定波长 (nm)	193.759	184.950	220.353	214.438	205.552	224.700
	测定值(mg/kg)	N.D	N.D	8.4	N.D	22.9	48.0
	RSD(%)	-	-	1.24	-	0.29	0.25
僵蚕	测定波长 (nm)	193.759	184.950	220.353	214.438	205.552	224.700
	测定值(mg/kg)	N.D	N.D	N.D	N.D	5.6	9.2
	RSD(%)	-	-	-	-	0.47	0.95
样品名称	元素	Fe	Zn	Mn	Mg	Co	Sr
海马	测定波长 (nm)	238.204	206.200	260.569	280.270	228.616	421.552
	测定值(mg/kg)	1872	52	13.4	2577	N.D	371
	RSD(%)	0.29	3.4	1.54	0.28	-	0.06
蜈蚣	测定波长 (nm)	238.204	206.200	260.569	280.270	228.616	421.552
	测定值(mg/kg)	1312	369	13.7	840	N.D.	17.0
	RSD(%)	1.43	4.23	1.65	1.28	-	0.85
僵蚕	测定波长 (nm)	238.204	206.200	260.569	280.270	228.616	421.552
	测定值(mg/kg)	125	51.0	32.3	2437	1.27	7.10
	RSD(%)	0.94	4.91	1.79	1.33	5.15	0.9

表 5 样品回收率结果

元素	As	Hg	Pb	Cd	Cr	Cu
测定浓度(mg/L)	0.0112	N.D	0.0027	N.D	0.0562	0.0029
添加浓度(mg/L)	0.1	0.02	0.02	0.02	0.1	0.1
添加后浓度(mg/L)	0.106	0.0207	0.0254	0.0201	0.1666	0.1095
回收率(%)	94.6	103.5	113.5	101.0	110.4	106.6
元素	Fe	Zn	Mn	Mg	Co	Sr
溶液测定浓度(mg/L)	1.25	0.51	0.32	24.4	N.D	0.071
添加浓度(mg/L)	1.0	1.0	1.0	10	0.1	0.1
添加后浓度(mg/L)	2.242	1.485	1.379	35.2	0.0962	0.1779
回收率(%)	99.2	97.5	105.6	108.0	96.2	106.8

结论

采用微波消解处理动物性中药样品，使用 ICPE-9000，对海马、蜈蚣、僵蚕等 3 种动物性中药样品中金属元素进行测定。结果表明，所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，完全能满足中药中金属含量的测定要求。