

微波消解石墨炉原子吸收法测定丹参中的铅、镉的含量

摘要：石墨炉原子吸收法已经作为法定方法进入中国药典（2005版，一部），并规定了丹参药材的铅、镉限量标准。本文采用微波消解技术溶解中药材丹参，用石墨炉原子吸收法在优化条件下测定了中药材丹参中铅、镉的含量；通过方法学实验测得丹参中铅回收率为106.3%；镉回收率为92.8%。

关键词：石墨炉原子吸收 微波消解 丹参 铅 镉

1. 实验部分

1.1 仪器与试剂

岛津AA-6300C原子吸收分光光度计

1.2 样品前处理

将丹参药材（批号010406）60℃烘干，取供试品粉末0.3 g，精确称量，置于聚四氟乙烯消解罐内，精密加入硝酸5 mL，盖好内盖，旋紧外套，置微波消解仪内，按仪器规定的消解程序进行消解。消解完毕，将消解罐放在通风橱内，降温至接近室温。打开消解罐外罐上盖，放置至大量红棕色氮氧化物蒸气散尽。然后取出内罐，置于可调温电热板上缓缓浓缩至2-3 mL，放冷，用去离子水转入25 mL量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，即得。同法同时制备试剂空白溶液。

1.3 测定条件

1.3.1 Pb测试条件

波长：283.3 nm 狭缝：0.7 nm 点灯方式：BGC-D₂

表1 Pb测定石墨炉温度程序

序号	温度/℃	时间/S	加热方式	Sens.	流量(L/min)
1	150	20	RAMP	Regular	0.10
2	250	10	RAMP	Regular	0.10
3	800	10	RAMP	Regular	1.00
4	800	10	STEP	Regular	1.00
5	800	3	STEP	High	0.00
6	2400	2	STEP	High	0.00
7	2500	2	STEP	Regular	1.00

1.3.2 Cd测试条件

波长: 228.8 nm 狭缝: 0.7 nm 点灯方式: BGC-D₂

表2 Cd测定石墨炉温度程序

序号	温度/°C	时间/s	加热方式	Sens.	流量(L/min)
1	150	20	RAMP	Regular	0.10
2	250	10	RAMP	Regular	0.10
3	500	10	RAMP	Regular	1.00
4	500	10	STEP	Regular	1.00
5	500	3	STEP	High	0.00
6	2200	2	STEP	High	0.00
7	2400	2	STEP	Regular	1.00

1.3.2 Cd测试条件

1.4 测定方法

精确量取空白溶液、标准溶液与供试品溶液各1 mL, 分别精确加入含1%磷酸二氢铵和0.2%硝酸镁的溶液1 mL, 混匀。精确吸取20 μL待测品注入石墨炉原子化器, 读取吸光度值。以标准溶液浓度为横坐标, 吸光度值为纵坐标做标准曲线。

2. 结果与讨论

2.1 工作曲线

在1.3测定条件下进行实验, 铅工作曲线浓度点分别为0、5、10、20、30、50 μg/L; 镉工作曲线浓度点为0、0.5、1、2、3、4 μg/L。各元素工作曲线参数见表3。

表3 工作曲线参数

元素	回归方程	相关系数
铅	$Y=0.0026270x+0.0013$	0.9991
镉	$Y=0.10095x-0.0180$	0.9995

2.2 仪器精密度实验

按仪器工作条件并调节至最佳工作状态, 将铅(20 μg/L)、镉标准溶液(2 μg/L)分别重复进样6次, 计算相对标准偏差。实验结果表明, 铅元素精密度RSD=4.7%, 镉元素RSD=3.6%, 精密度良好。

2.3 重复性实验

取丹参药材(批号00121101), 60°C烘干, 粉碎。称取0.3 g六份, 精确称定。按1.2样品前处理方法进行前处理, 按照1.3测定方法测定样品中铅和镉的含量, 计算相对标准偏差: 铅元素RSD=8.6%, 镉元素RSD=6.3%。

表4 铅重复性实验结果

序号	含量 (mg/kg)	平均含量 (mg/kg)	RSD (%)
1	0.4651		
2	0.4833		
3	0.3865		
4	0.4423	0.4580	8.6
5	0.4768		
6	0.494		

表5 镉重复性实验结果

序号	含量 (mg/kg)	平均含量 (mg/kg)	RSD (%)
1	0.0527		
2	0.0494		
3	0.0522		
4	0.0475	0.0527	6.3
5	0.0546		
6	0.0565		

2.4 回收率实验

精密称取丹参药材（批号00121101）0.3 g共6份，分别梯度加入稀释后的铅、镉标准溶液适量，按1.2样品前处理进行前处理，按照1.3测定方法测定样品中铅和镉的含量，计算回收率。

表6 铅回收实验结果

样品号	样品中的含量 ($\mu\text{g/g}$)	加标量 ($\mu\text{g/g}$)	测得量 ($\mu\text{g/g}$)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
回收率 1	0.1384	0.1000	0.2441	105.7		
回收率 2	0.1413	0.1000	0.2461	104.8		
回收率 3	0.1387	0.1000	0.2478	109.1		
回收率 4	0.1379	0.1000	0.2481	110.2	106.3	2.6
回收率 5	0.1377	0.1000	0.2411	103.4		
回收率 6	0.1388	0.1000	0.2434	104.6		

表7 镉回收实验结果

样品号	样品中的含量 ($\mu\text{g/g}$)	加标量 ($\mu\text{g/g}$)	测得量 ($\mu\text{g/g}$)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
回收率 1	0.0157	0.0200	0.0343	92.9		
回收率 2	0.0160	0.0200	0.0342	91.0		
回收率 3	0.0158	0.0200	0.0337	89.7	92.8	2.1
回收率 4	0.0156	0.0200	0.0339	91.4		
回收率 5	0.0156	0.0200	0.0347	95.4		
回收率 6	0.0158	0.0200	0.0342	92.1		

2.5 样品测定

取不同批号丹参药材，60℃烘干，粉碎。称取0.3 g，精密称定。按1.2样品前处理方法进行前处理，按照1.3测定方法测定样品中铅和镉的含量。实验结果见表8。

表8 样品测定结果

样品名称	铅 (mg/kg)	镉 (mg/kg)
00121101	0.458	0.053
04032403	0.283	0.147
04092001	0.513	0.013
04082301	0.435	0.010
04060706	0.466	0.025
02051702	0.412	0.122
04110404	0.243	0.076
03022101	0.395	0.144

3. 结论

本实验方法精密度、回收率良好，所测定的丹参药材中铅、镉含量均符合《中华人民共和国药典》（2005版一部）的丹参药材项下规定的限量标准（铅 ≤ 5.0 mg/kg，镉 ≤ 0.3 mg/kg）。