

AA-7800 测定中药配方颗粒中的重金属含量

AAS-135

摘要：本文参考 2020 版《中国药典》通则 2321< 铅、镉、砷、汞、铜测定法 >，使用岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计石墨炉法和火焰法测定大枣配方颗粒中的铅、镉和铜元素含量。石墨炉法测定 Pb 和 Cd 时可在原子化阶段供保护气，降低灵敏度拓宽线性范围，实验结果表明，该方法标准曲线线性良好，加标回收率 97.8%~108%；火焰法直接测定 Cu 元素含量，该方法标准曲线线性良好，检出限低，加标回收率 94.0%~101%。

关键词：AA-7800 中药配方颗粒 中国药典 重金属

技术特点：

- ❖ 根据灵敏度需要，石墨法测定时可设置原子化阶段保护气流量，匹配合适的线性范围。
- ❖ AA-7800 采用三维光路双光束系统，保证光通量，有效消除光源波动产生的误差与漂移。

中药配方颗粒是使用传统中药饮片经提取、分离、浓缩、干燥、制粒、包装等工艺加工制成的中医临床配方用药。在中医药理论指导下，按照中医临床处方调配后，供患者冲服使用，其无需煎煮、服用方便，是适应现代快节奏生活的一种新型中药饮片。

中药配方颗粒以中药饮片为原材料，在药材种植、饮片加工、颗粒生产等过程中都可能引入有毒有害重金属污染。国家药品监督管理局 2021 年 1 月发布实施《中药配方颗粒质量控制与标准制定技术要求》，中药配方颗粒应符合现行版《中国药典》制剂通则颗

粒剂项下的有关规定；国家药典委员会 2021 年 11 月发布实施《中药配方颗粒品种试点统一标准》，其中中药配方颗粒重金属及有害元素测定按照 2020 版《中国药典》通则 2321< 铅、镉、砷、汞、铜测定法 > 执行。

本文参考 2020 版《中国药典》通则 2321< 铅、镉、砷、汞、铜测定法 >，使用岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计石墨炉法和火焰法测定了大枣配方颗粒中的铅、镉和铜元素含量，根据标准要求，优化参数，匹配合适的线性范围，方法满足 2020 版《中国药典》通则 2321 要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计



图 1 岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1 表 2。

表 1 石墨炉法 Pb、Cd 分析条件

元素	波长 (nm)	石墨管	干燥		灰化		原子化		清洁		保护气
			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	高密	120	20	1000	20	1700	3	2500	2	0.04
Cd	228.8	热解	120	20	500	10	1800	3	2400	2	0.04

表 2 火焰法 Cu 分析条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	灯电流 (nm)	点灯方式	火焰类型	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Cu	324.8	0.7	8	BGC-D2	Air-C ₂ H ₂	1.8	15.0

1.3 实验室器皿及试剂

实验所用器皿均使用硝酸溶液(1+1)浸泡 24 小时后,用去离子水冲洗,干燥备用;实验用硝酸、盐酸为优级纯;实验用水为超纯水。

1.4 样品前处理

准确称取 0.50 g 大枣配方颗粒样品于聚四氟乙烯微波消解管中,用少量水润湿,加入 5 mL HNO₃ 和 2 mL H₂O₂, 盖上盖子,置于微波消解仪中消解,升温程序见表 3。微波消解结束后赶酸至近干,用超纯水定容至 25 mL,摇匀。

取 1 mL 样品加入 0.5 mL 基体改进剂(1% 磷酸二氢铵和 0.2% 硝酸镁),混匀用于石墨炉法测定 Pb 和 Cd 元素含量;火焰法直接测定 Cu 元素含量。

表 3 微波消解升温程序

步骤	控制温度 (°C)	升温时间 (min)	恒温时间 (min)
1	120	10	3
2	190	5	20

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

使用 1% 硝酸溶液配制 Pb 标准溶液系列,浓度为 0.00、5.00、10.0、20.0、40.0、60.0、80.0 ng/mL,取 1 mL 样品加入 0.5 mL 基体改进剂(1% 磷酸二氢铵和 0.2% 硝酸镁),混匀后石墨炉法高密石墨管测定,标准曲线如图 2。

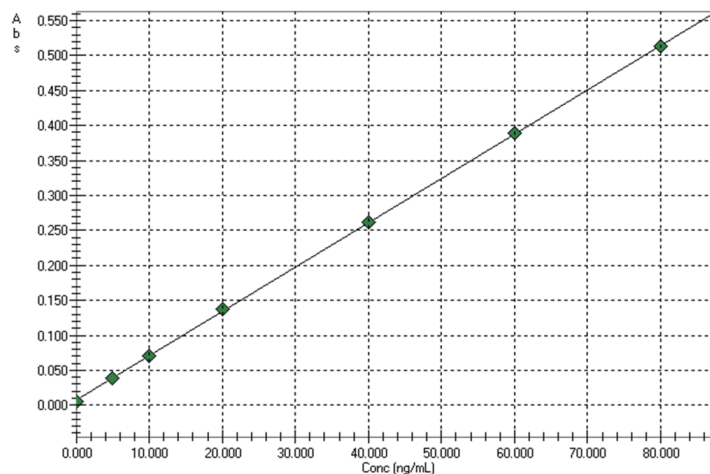


图 2 Pb 元素标准曲线 (Abs=0.00633833Conc+0.0078088, r=1.0000)

使用 1% 硝酸溶液配制 Cd 标准溶液系列，浓度为 0、0.80、2.00、4.00、6.00、8.00 ng/mL，取 1 mL 样品加入 0.5 mL 基体改进剂（1% 磷酸二氢铵和 0.2% 硝酸镁），混匀后石墨炉法热解石墨管测定，标准曲线如图 3。

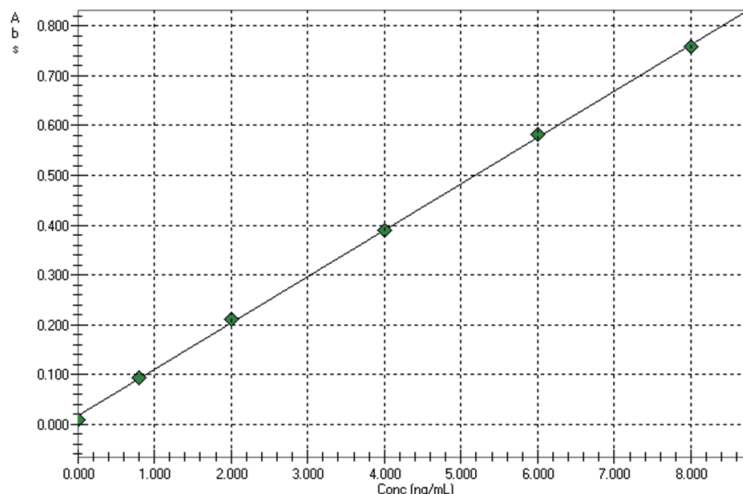


图 3 Cd 元素标准曲线 ($Abs=0.093211Conc+0.017569$, $r=0.9998$)

使用 1% 硝酸溶液配制 Cu 标准溶液系列，浓度为 0、0.05、0.20、0.40、0.60、0.80 $\mu\text{g/mL}$ ，火焰法测定，标准曲线如图 4。

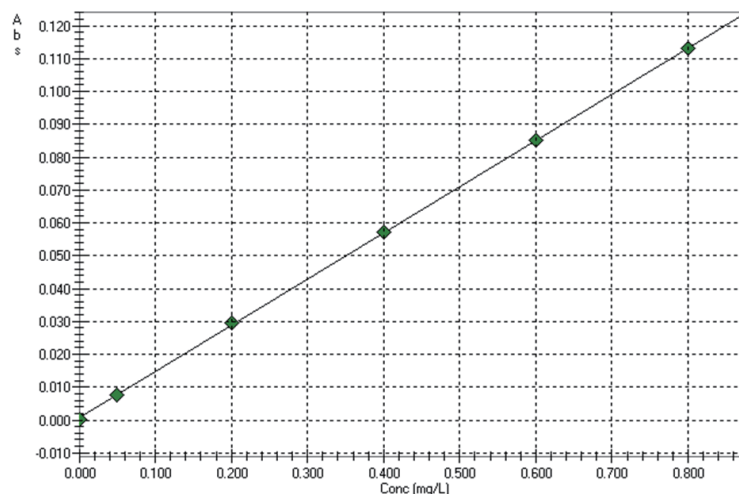


图 4 Cu 元素标准曲线 ($Abs=0.14064 Conc+0.00078224$, $r=0.9999$)

2.2 检出限

使用样品空白溶液测定 6 次，分别以吸光度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限。按样品称量 0.5 g，定容至 25 mL，计算方法检出限和定量限，结果见下表 4 和表 5。

表 4 方法检出限及定量限

元素	测定方法	仪器检出限 (ng/mL)	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
Pb	石墨法	0.14	0.007	0.023
Cd	石墨法	0.15	0.008	0.025

表 5 方法检出限及定量限

元素	测定方法	仪器检出限 (µg/mL)	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
Cu	火焰法	0.004	0.20	0.67

2.3 样品测试结果

采用石墨炉法按照表 1 条件依次测定样品，同时做加标回收实验，Pb 和 Cd 的测定结果见表 6，Pb 和 Cd 的加标回收率为 97.8%~108%。

表 6 石墨炉法 Pb 和 Cd 测试结果

元素	测定值 (ng/mL)	样品含量 (µg/g)	加标 1		加标 2	
			加标量 (ng/mL)	加标回收率 (%)	加标量 (ng/mL)	加标回收率 (%)
Pb	N.D	---	5.00	97.8	10.0	98.8
Cd	N.D	---	2.00	108	4.00	104

采用火焰法按照表 2 条件依次测定样品，同时做加标回收实验，Cu 的测定结果见表 7，加标回收率为 94.0%~101%。

表 7 火焰法 Cu 测试结果

元素	测定值 (µg/mL)	样品含量 (µg/g)	加标 1		加标 2	
			加标量 (µg/mL)	加标回收率 (%)	加标量 (µg/mL)	加标回收率 (%)
Cu	0.014	0.70	0.20	94.0	0.40	101

■ 结论

本文参考 2020 版《中国药典》通则 2321< 铅、镉、砷、汞、铜测定法 >，使用岛津 AA-7800 原子吸收分光光度计测定了中药配方颗粒中铅、镉和铜元素含量。岛津原子吸收分光光度计具有高灵敏度石墨炉专利技术，石墨法测定 Pb 和 Cd 时可在原子化阶段供保护气，降低灵敏度拓宽线性范围，以满足 2020 版中国药典通则 2321< 铅、镉、砷、汞、铜测定法 > 线性范围要求。岛津原子吸收分光光度计具有稳定高通量高分辨三维光学系统，配备全中文 WizAArd 智能化软件，操作简单便捷。

岛津应用云

