

明胶空心胶囊中 Cr 含量石墨炉原子吸收分析标准操作规程

1. 范围

本规程提供了明胶空心胶囊壳中Cr含量的原子吸收检测方法。

2. 参考标准

2010版《中国药典》——明胶空心胶囊

3. 原理

样品经微波消解后，采用石墨炉原子吸收测定明胶空心胶囊中Cr含量。

4. 仪器设备

4.1 PinAAcle 900T原子吸收光谱仪

4.2 Anton Paar Multiwave 3000微波消解仪

4.3 分析天平：精度0.0001

4.4 SPB 50-24样品消解器（Part No. N9308019）

4.5 50mL 聚丙烯离心管（Part No. B0193234）

5. 试剂和标样

5.1 超纯水(Millipore[®], Milford,MA, USA)

5.2 浓硝酸（苏州晶瑞化学有限公司）

5.3 氢氟酸（苏州晶瑞化学有限公司）

5.4 Cr标准溶液（Part No. N9300173）

6. 样品制备

称取0.2g样品于微波消解罐中，加入 2mL HNO₃、2mL HF，置于微波消解仪中按如下程序进行消解。

Table 1 Multiwave 3000 胶囊壳样品消解程序

Power	Ramp Time	Hold Time	Fan
600W	5:00	10:00	1
1000W	10:00	15:00	1
0	00:00	15:00	3

消解结束后，将消解罐取出，置于样品消解器上进行赶酸，赶酸至样品溶液小于1 mL后，转移定容至20 mL。同法准备试剂空白。



Figure 1 SPB 50-24 样品消解器(Part No. N9308019)



Figure 2 50mL 聚丙烯离心管(Part No. B0193234)

7. 仪器分析

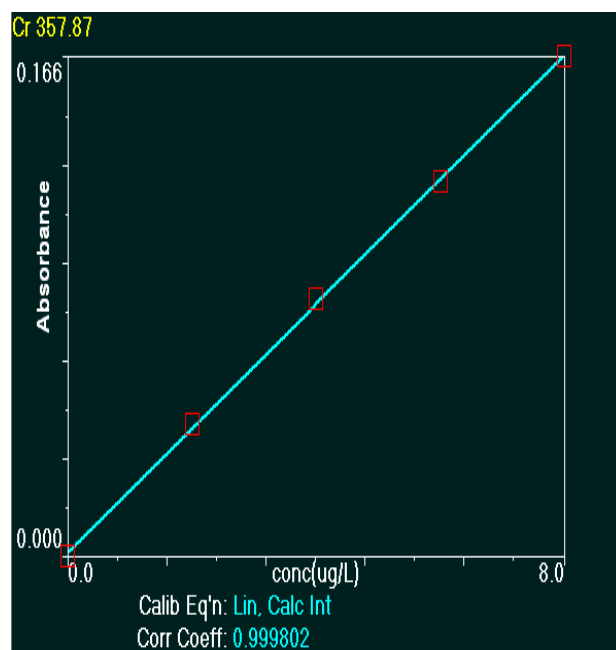
Table 2 PinAAcle 900T 石墨炉测定胶囊壳中 Cr 分析条件

波长(nm)	357.87
狭缝(nm)	0.7
灯电流(mA)	10
信号类型	AA-BG
信号计算	峰面积
积分时间(s)	6
储备标样浓度 (μg/L)	10
校准标样浓度 (μg/L)	2,4,6,8
基体改进剂	0.3% Mg(NO ₃) ₂ , 5μL
样品体积(μL)	20
稀释液体积(μL)	10

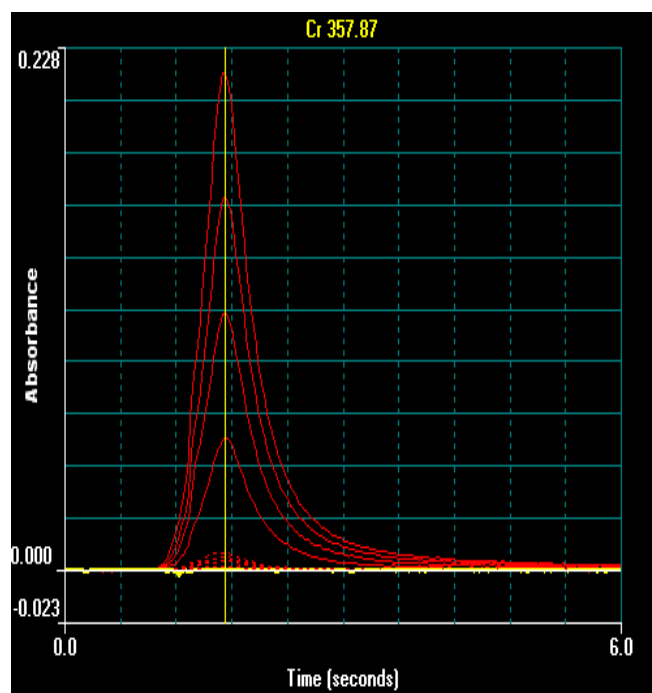
Table 3 PinAAcle 900T 分析胶囊壳中 Cr 石墨炉升温程序

Furnace Program					
Step #	Temp (C)	Ramp Time	Hold Time	Internal Flow	GasType
1	110	5	30	250	Normal
2	130	15	30	250	Normal
3	1000	10	20	250	Normal
4	2500	0	6	0	Normal
5	2550	1	5	250	Normal
6					
7					
8					

校准曲线:



标准谱图:



————SOP END————