

## 药材及药品检测的仪器应用方案

### 引言

金属元素与人体健康的关系是非常密切的。它们由各种途径进入人体后,微量元素受到体内平衡机制的调节和控制,以维持在适当足量浓度范围水平上,并充分发挥有益作用。但当过量积聚于人体时,超越了机体的平衡机制,就会起有害作用或致人死亡。缺乏时,也会使人体健康失常(患病或导致生长缓慢)例如:Zn 是人体必需的微量元素之一,已发现含锌的酶有 20 余种。缺锌会引起多方面的机能障碍,如人体发育迟缓,对味的敏感减退,厌食,异嗜癖;另外还能引起慢性腹泄,皮肤、口腔溃疡,容易感冒等。Cr 是人体必需的微量营养元素,铬缺乏会引起胰岛素的效力降低。Pb、Cd 是对人体有毒、有害的元素。

Pb 干扰智力发育,导致大脑结构及功能异常,降低激素分泌,有损于人体免疫能力。在 Pb、Cd 过剩区,对人、畜均有不同程度的毒害作用,如改饮用低铅水、低镉水、低砷水体等,地方病将严格得到控制。

关键词:砷;汞;铅;镉;铜, 原子吸收, 原子荧光,

### 药材检测重金属的必要性

国家药委对黄曲霉毒素、重金属及有害元素、农药残留量等有害物质的控制方法、限度值以及重点品种进行试验研究,拟在 2010 年版《中国药典》的基础上,进一步增加中药的安全性指标控制项目,尤其是加强对中药材中重金属及有害元素、黄曲霉毒素、农药残留量的控制。

### 关于重金属及有害元素限量标准

在《中国药典》附录中规定“除矿物、动物、海洋类以外的中药材中,铅不得过 10mg/kg;镉不得过 1mg/kg;砷不得过 5mg/kg;汞不得过 1mg/kg;铜不得过

20mg/kg。”

2010 版药典部分品种项下规定了重金属限度，如甘草、黄芪、丹参、西洋参、白芍、金银花、枸杞子、冰片、山楂、阿胶，限度按照药典规定执行。

### **药材检测的案例分析**

根据各种元素本身的性质及原子化的方法不同，分为火焰原子化和无焰原子化等。其中铅、镉、铜等应用最广的是石墨炉原子吸收法。汞、砷的含量测定常用原子荧光法。

### **检测步骤**

#### **药材采样**

每种药材采集重量不少于 0.5kg。共采集药材 20 个，采回的药材样品用自来水洗净泥土，再用去离子水漂洗 3 次。晾干后置于烘箱中以 45℃烘至恒重。将烘干样用高速粉碎机进行粉碎，打成细粉，过 40 目筛装入密封塑料袋待测。

#### **重金属元素前处理方法**

不同的中药样品和检测的重金属元素的不同，其样品预处理主要有二种基本方法：一是干法消化(灰化法)，如元胡等；二是湿法消化，如夏枯草、薯蓣、杞菊地黄丸等。湿法消化避免重金属的挥发损失，甚至可以一次性消化多个样品而较多采用。也有用不同的消化方法对药材进行重金属含量测定比较，测定结果基本一致。

### **供试品溶液制备**

铅、镉、铜、砷供试品溶液制备取丹参药材粉末样品 0.2 g，精密称定，置聚四氟乙烯消解罐内，加硝酸 5.0 ml，密封，置 MDS-8 微波消解仪中，按照设定(85℃-5 min，120℃-5 min，175℃-15 min)程序消解完全，取出消解罐，冷至室温；开罐并置电子恒温加热板上 125℃加热至红棕色挥尽并浓缩至 1~2 ml，冷至室温；加少量

超纯水洗涤多次,洗液转移至 25 ml 量瓶中,用 0.2%硝酸加至刻度,即得。同法同时制备试剂空白溶液。

汞供试品溶液制备取药材粉末 0.2 g,精密称定,置消解罐内,加硝酸 5 ml,置微波消解仪中,按 85°C -5 min, 120°C -5 min,175°C- 15 min 的消解程序消解,取出消解罐,置电子恒温加热板 110°C加热至红棕色气体挥尽并浓缩至 1 ~2 ml,加少量超纯水,继续加热挥至无酸味。冷至室温,少量多次加 10%盐酸溶液洗涤,洗液全部转移至 25 ml 量瓶中,用 10%盐酸释至刻度,即得。同法同时制备试剂空白溶液。

### **仪器及试剂**

AA-1800EL 原子吸收光谱仪(石墨炉一体机) 铅、镉、铜空心阴极灯

微波消解仪、电热板

铅标准溶液, 1 000 mg/L( GSB 国家有证物质)

镉标准溶液,1 000 mg/L( GSB 国家有证物质)

铜标准溶液,1 000 mg/L( GSB 国家有证物质)

汞标准溶液 1 000 mg/L( GSB 国家有证物质)

砷标准溶液,100 mg/L( GSB 国家有证物质),

硝酸、盐酸、硼氢化钠、氢氧化钠、硝酸镁等均为优级纯。

### **原子吸收光谱法**

#### **1 铅的测定(石墨炉法)**

测定条件参考条件=波长 283.3nm,干燥温度 100~120·c,持续 20 秒 2 灰化温度 400~750°C,持续 20~25 秒;原子化温度 1700~2100°C,持续 4~5 秒。

#### **2 镉的测定(石墨炉法)**

测定条件参考条件:波长 228.8nm,干燥温度 100~120·c,持续 20 秒;灰化温度

300~500℃，持续 20~25 秒;原子化温度 1500~1900℃，持续 4~5 秒。

### 3.铜的测定(火焰法)

测定条件检测波长为 324.7nm，采用空气乙炔火焰，必要时进行背景校正。

#### **标准储备溶液和标准曲线的制备**

铅取浓度为 1 000 mg/L 的铅标准溶液，经逐级稀释后得浓度为 50 ug/L 的铅储备液,稀释为 5、10、20、40 、50 ug/L 浓度即得工作曲线溶液。

镉取浓度为 1000 mg/L 的镉标准溶液，经逐级稀释后得浓度为 5 ug/L 的镉储备液,稀释为 0.5、1、2、3、4、5 ug/L 浓度的工作曲线溶液。

铜取浓度为 1000 mg/L 的铜标准溶液，经逐级稀释后得浓度为 200 ug/L 的铜储备液,稀释为 20、50、100、150、200 ug/L 浓度的工作曲线溶液。

基体改进剂测定铅、镉、铜、都采用质量分数为 0.5%硝酸镁溶液。

精密量取 Pb、Cd、Cu 、标准溶液,按照分别配制各元素的标准系列浓度,Pb、Cd、Cu、进样体积为 20ml,。以进样浓度(C)为横坐标,吸光度(A)为纵坐标,绘制标准曲线,根据线性计算结果。

该方法推荐美析 AA-1800EL 原子吸收光谱仪石墨炉一体机

#### **关于美析**

美析主营光谱类仪器可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、超微量分光光度计、原子荧光光度计、ICP 电感耦合等离子体发射光谱仪、ICP 电感耦合等离子体质谱仪,目前,我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验,结合市场的最新实际需求,近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。