

微波消解仪用于中药材重金属及有害元素检测

贾腾, 张绍辉, 陈硕, 王伟伟, 陈京祥

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要:使用微波消解仪用于中药材重金属及有害元素检测, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 重金;有害元素;微波消解

中医药是中华民族的伟大创造, 在实现健康中国的战略中, 正发挥越来越重要的作用。但近年来, 中药材存在掺杂、染色、增重、过度硫熏现象; 环境污染与人为滥用农药化肥, 导致中药材重金属超标时有发生; 中药饮片炮制规范不统一、独特炮制技术与人才传承不足、质量标准参差不齐“劣币驱逐良币”现象突出, 这无疑加重了中医毁于中药的担忧。我们选择山参、甘草、麦冬、枸杞、杜仲五种中药材, 参照药典, 使用微波消解对其进行前处理, 采用火焰原子吸收光谱法检测铜含量, 采用石墨炉原子吸收光谱法检测铅、镉含量, 采用 ICP-MS 方法检测汞、砷含量, 试建立一种简单快速的检测方法。



微波消解-原子吸收光谱法测定中药材中的铜、铅、镉

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

新仪 TANK 40 微波消解仪, TK-20 赶酸器, 原子吸收分光光度计, 铜空心阴极灯, 铅空心阴极灯, 镉空心阴极灯, 分析天平(十万分之一)等。

硝酸(优级纯, 68%), 铜标准溶液 (GSB G 62024-90), 铅标准溶液 (GSB G 62071-90), 镉标准溶液 (GSB G 62040-90), 实验用水为超纯水。

1.2 溶液的配制

(1) 铜标准溶液的制备

精密量取铜单元素标准溶液适量, 用 1% 的硝酸溶液稀释, 制成每 1mL 含铜 10 μ g 的溶液 (0~5 $^{\circ}$ C 贮存), 即得铜标准贮备液。然后分别精密量取铜标准贮备液适量, 用 1% 的硝酸溶液制成每 1mL 分别含铜 0 μ g、0.2 μ g、0.4 μ g、0.6 μ g、0.8 μ g、1.0 μ g 的溶液。

(2) 铅标准溶液的制备

精密量取铅单元素标准溶液适量, 用 1% 的硝酸溶液稀释, 制成每 1mL 含铅 1 μ g 的溶液 (0~5 $^{\circ}$ C 贮存), 即得铅标准贮备液。然后分别精密量取铅标准贮备液适量, 用 1% 的硝酸溶液制成每 1mL 分别含铅 0ng、20ng、40ng、60ng、80ng、100ng 的溶液。

(3) 镉标准溶液的制备

精密量取镉单元素标准溶液适量, 用 1% 的硝酸溶液稀释, 制成每 1mL 含镉 1 μ g 的溶液 (0~5 $^{\circ}$ C 贮存), 即得镉标准贮备液。然后分别精密量取镉标准贮备液适量, 用 1% 的硝酸溶液制成每 1mL 分别含镉 0ng、1ng、2ng、4ng、6ng、8ng 的溶液。

2.3 样品前处理

取待测试的样品于 60 $^{\circ}$ C 干燥 2 小时, 粉碎成粗粉, 取约 0.5g (精确至 0.1mg), 置于 TFM 消解罐中, 加入 8mL 硝酸, 将消解罐放置在 TK-20 赶酸器上 120 $^{\circ}$ C 预处理至黄烟冒尽, 取下冷却后, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行微波消解实验:

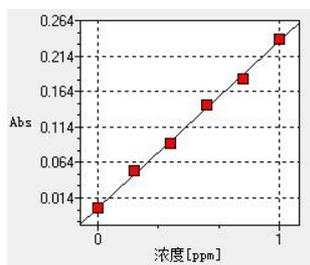
| 阶段 | 温度/ $^{\circ}$ C | 压力/MPa | 升温时间/min | 保温时间/min |
|----|------------------|--------|----------|----------|
| 1 | 150 | 2 | 8 | 2 |
| 2 | 170 | 2.5 | 3 | 2 |
| 3 | 190 | 3 | 3 | 20 |

消解完成后, 待消解液冷却至 60 $^{\circ}$ C 以下, 取出消解罐, 将内罐放置在赶酸器上, 150 $^{\circ}$ C 加热至红棕色蒸汽挥尽, 并继续浓缩至 1mL 以内, 取下冷却, 用纯水转移至 25mL 容量瓶中, 用少量水洗涤消解罐 3 次, 洗液一并转入容量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 即得 (如有少量沉淀, 必要时可离心分取上清液)。同法同时制备试剂空白溶液。

2.4 工作曲线的绘制

(1) 铜标准曲线

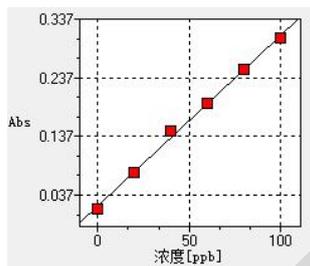
将 2.2.1 中的铜标准溶液，依次喷入火焰，测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。波长 324.7nm，光谱带宽 0.2nm，滤波系数 0.3，灯电流 3.0mA。



曲线方程： $[A]=K_1[C]+K_0$ ， $K_1=0.2341$ ， $K_0=0.0008$ ，线性相关系数：0.99877

(2) 铅标准曲线

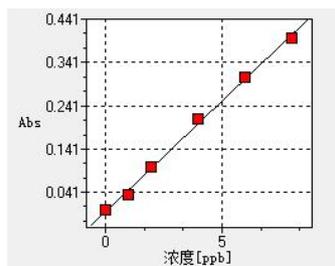
分别精密吸取 2.2.2 中的铅标准溶液 10 μ L 注入石墨炉原子化器，测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。波长 283.3nm，光谱带宽 0.4nm，滤波系数 0.1，灯电流 2.0mA。



曲线方程： $[A]=K_1[C]+K_0$ ， $K_1=0.0029$ ， $K_0=0.0182$ ，线性相关系数：0.99861

(3) 镉标准曲线

分别精密吸取 2.2.3 中的镉标准溶液 10 μ L 注入石墨炉原子化器，测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。波长 228.8nm，光谱带宽 0.4nm，滤波系数 0.1，灯电流 2.0mA。



曲线方程： $[A]=K_1[C]+K_0$ ， $K_1=0.0510$ ， $K_0=0.0033$ ，线性相关系数：0.99858

3 实验结果

3.1 含量测定

本实验对 5 种中药材的铜、铅、镉含量进行了测定，结果如下：

| 样品名称 | 铜含量 (mg/kg) | 铅含量 (mg/kg) | 镉含量 (mg/kg) |
|------|-------------|-------------|-------------|
| 山参 | 10.352 | 0.204 | 0.039 |
| 甘草 | 8.871 | 0.138 | 0.008 |
| 麦冬 | 3.752 | 0.089 | 0.023 |
| 枸杞 | 8.006 | 0.455 | 0.052 |
| 杜仲 | 13.128 | 0.209 | 0.185 |

3.2 重复性与回收率实验

称取山参样品 5 组，质量约 0.5g（精确至 0.1mg），按照上述实验流程进行微波消解与元素分析，计算相对标准偏差，铜元素 RSD=0.85%，铅元素 RSD=3.62%，镉元素 RSD=1.37%。实验结果表明，本次实验所采用的方法具有良好的重复性。

称取杜仲样品 3 组，分别加入稀释后的铜、铅、镉标准溶液适量，按照相同的方法进行实验，计算出铜、铅、镉的加标回收率分别为 98.6%、95.2%、97.1%。