

微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定中药材中的汞、砷

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 250104)

摘要:使用微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定中药材中的汞、砷, 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: 重金属; 有害元素; 微波消解汞

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。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

新仪 TANK40 微波消解仪, TK-20 赶酸器, 电感耦合等离子体质谱仪配备溶液雾化进样系统, 分析天平(十万分之一)等。

硝酸(优级纯, 68%), 汞标准溶液 (GSB G 62069-90), 砷标准溶液 (GSB G 62028-90) 实验用水为超纯水。

1.2 溶液的配制

1) 汞标准溶液的制备

精密量取汞单元素标准溶液适量, 用 10% 的硝酸溶液稀释, 制成每 1mL 含汞 1 μ g 的溶液 (0~5 $^{\circ}$ C 贮存), 即得汞标准贮备液。然后分别精密量取汞标准贮备液适量, 用 10% 的硝酸溶液制成每 1mL 分别含汞 0ng、0.2ng、0.5ng、1ng、2ng、5ng 的溶液。

2) 砷标准溶液的制备

精密量取砷单元素标准溶液适量, 用 10% 的硝酸溶液稀释, 制成每 1mL 含砷 0.5 μ g 的溶液 (0~5 $^{\circ}$ C 贮存), 即得砷标准贮备液。然后分别精密量取砷标准贮备液适量, 用 10% 的硝酸溶液制成每 1mL 分别含砷 0ng、1ng、5ng、10ng、20ng 的溶液。

1.3 样品前处理

消解方法同 2.3 样品前处理。

消解完成后，消解液冷却至 60℃以下，取出消解罐，用纯水转移至 50mL 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 实验结果

本实验对 5 种中药材的汞、砷含量进行了测定，结果如下：

样品名称	汞含量 (mg/kg)	砷含量 (mg/kg)
山参	0.016	0.115
甘草	0.030	0.523
麦冬	0.002	0.377
枸杞	0.103	0.174
杜仲	0.059	0.126

3 结论

实验选取的几种中药材样品中重金属及有害元素含量均未超过《0212 药材和饮片检定通则》规定的限量要求。本文采用微波消解法对中药类样品进行前处理，消解速度快、污染和损失少、消解效果好，并操作简便、可批量处理样品，是理想的前处理方法，将更加广泛的应用于中药材重金属检测实验。