原子吸收分光光度法测定芩连抗病毒合剂中的铅

王 静¹, 岳燕霞²

1. 漯河市食品药品检验所, 河南 漯河 462000

2. 漯河食品职业学院, 河南 漯河 462000

摘要: 目的 建立芩连抗病毒合剂中铅含量测定的原子吸收分光光度法。方法 采用石墨炉原子吸收法, 检测波长为 283.3 nm, 灯电流为 9 mA, 狭缝宽度为 0.5 nm。结果 铅的质量浓度在 0~0.20 $\mu\text{g/mL}$ 与吸光度线性关系良好 $r=0.999\ 5$, 回收率为 98.7%, $\text{RSD}=2.1\%$ ($n=3$)。结论 所建方法能够简便、快速、准确的测定芩连抗病毒合剂中铅的含量。

关键词: 芩连抗病毒合剂; 原子吸收分光光度法; 铅

中图分类号: R927.11 文献标志码: A 文章编号: 1674-6376(2013)06-0463-02

DOI: 10.7501/j.issn.1674-6376.2013.06.015

Determination of Pb in Qinlian Kangbingdu Mixture by atomic absorption spectrometry

WANG Jing¹, YUE Yan-xia²

1. Luohe Institute for Food and Drug Control in Henan Province, Luohe 462000, China

2. Luohe Food and Vocational College, Luohe 462000, China

Abstract: Objective To establish an atomic absorption spectrometry method for determination of Pb in Qinlian Kangbingdu Mixture (QKM). **Methods** To establish the graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) method for the determination. The determined wavelength was at 283.3 nm, the electric current of the light was 9 mA, and the slit-width was 0.5 nm. **Results** The good linear relationship was shown in the range of 0~0.20 $\mu\text{g/mL}$ for Pb by GFAAS with the regression coefficient of 0.999 5. The average recovery rate was 98.7%, $\text{RSD} = 2.1\%$ ($n = 3$). **Conclusion** The method is simple, accurate sensitive, and suitable for the determination of Pb content in QKM.

Key words: Qinlian Kangbingdu Mixture; atomic absorption spectrometry; Pb

芩连抗病毒合剂是漯河市中心医院制剂室配制的特色制剂, 由黄芩、黄连、玄参、生地黄、连翘、板蓝根、牛蒡子(炒)、薄荷、白僵蚕(麸炒)、升麻(炒)等 14 味中药制成, 具有清热解毒、疏风散邪的功效, 临床上主要用于四季感冒、症见恶寒、发热、头痛、咽喉不利、咳嗽等的治疗。中药由于自身蓄积或环境污染, 可能存在重金属, 其中铅(Pb)对人体的骨髓造血系统、免疫系统、神经系统都有影响。为了提高中药质量, 保证用药安全, 建立相应的方法测定芩连抗病毒合剂中重金属 Pb 的含量就显得很有必要。

目前, 在微量元素分析方法中, 主要的仪器分析法有原子吸收法(AAS), 电感藕荷等离子体-质谱法(ICP-MS), 原子荧光法(AFS)等, 其中原

子吸收法用于元素分析已有几十年历史, 方法相对成熟, 仪器设备易普及, 测定灵敏准确^[1]。因此, 参考相关文献^[1-3], 建立了简便、快速、准确的原子吸收分光光度法测定芩连抗病毒合剂中重金属铅的方法。

1 仪器与试剂

AA—7000 型原子吸收分光光度计(日本岛津), 92SM—202A—DR—SCS 电子天平(普利赛斯国际贸易优先公司), 硝酸及高氯酸(湖南株洲市化学工业研究所), 均为分析纯, 1 mg/mL Pb 标准液由国家标准物质中心提供, 批号 GBW096022。芩连抗病毒合剂由漯河市中心医院提供, 每支含生药 1.54 g/mL, 批号 20130209、20130114、20130311、20130405、20130420。

收稿日期: 2012-08-08

作者简介: 王 静, 本科, 从事药品检验、药品监督相关工作。Tel: (0395)5612322 E-mail: wjing13@sina.com

2 方法与结果

2.1 色谱条件

采用石墨炉原子吸收法,塞曼法背景校正,光源为空心阴极灯,波长 283.3 nm,灯电流 9 mA,狭缝宽度 0.5 nm,进样量 20 μ L。原子化程序为:干燥温度 110 $^{\circ}$ C、持续 20 s,灰化温度 750 $^{\circ}$ C、持续 15 s,原子化温度 1 600 $^{\circ}$ C、持续 3 s,清除温度 2 200 $^{\circ}$ C、持续 2 s。

2.2 样品溶液的制备

精密称取 2.0 g 苈连抗病毒合剂,置于三角瓶中,加硝酸-高氯酸(4:1)、浸泡 12 h,放置在电热板上加热消化(温度不超过 140 $^{\circ}$ C),至不冒黄烟,溶液澄清或略显淡黄色,冷却至室温,用 2%硝酸定容至 25 mL 容量瓶中,摇匀,即得。同法制备空白溶液。

2.3 标准曲线的绘制

精密量取 1 mg/mL Pb 标准溶液 5 mL,置于 50 mL 量瓶中,用 2%硝酸稀释至刻度,再精密量取 1 mL 置于 100 mL 量瓶中,用 2%硝酸稀释至刻度,即得铅标准储备液(1 μ g/mL)。分别精密量取铅标准储备液(1 μ g/mL) 0、2.5、5、10、15、20 mL 置于 100 mL 量瓶中,用 2%硝酸稀释至刻度,即得浓度为 0、0.025、0.050、0.10、0.15、0.20 μ g/mL 的 Pb 系列标准溶液。按照“2.1”项下条件进行测定,以吸光度值(Y)为纵坐标,以铅质量浓度(X)为横坐标,绘制标准曲线,得线性回归方程: $Y=0.0037X+0.0357$, $r=0.9995$,结果表明 Pb 质量浓度在 0~0.20 μ g/mL 范围内与吸光度值线性关系良好。

2.4 精密度试验

精密量取铅标准溶液(0.050 μ g/mL),在上述条件下重复测定 5 次,结果吸光度的平均值为 0.035 9,平均 RSD 值为 1.8%,表明仪器精密度良好。

2.5 重复性试验

取批号为 20130405 的样品,依法平行制备 5 份样品溶液并测定,结果 1.0 g 苈连抗病毒合剂中 Pb 质量浓度为 0.304 μ g/mL,平均 RSD 值为 1.2%。

2.6 稳定性试验

精密量取铅标准溶液(0.050 μ g/mL),在室温下放置 0、1、2、4、8、12 h 后分别测定吸光度,结果吸光度平均值为 0.035 9, RSD 值为 2.6%,表明 Pb 溶液在 12 h 内稳定。

2.7 加样回收试验

精密量取已测定的样品(批号 20130114) 9 份于锥形瓶中,分别按 Pb 含量的 80%、100%、120%

精密加入 1 μ g/mL Pb 标准溶液,按照样品溶液的制备方法每个梯度各制备 3 份,依法测定,计算回收率分别为 98.29%、100.41%、101.98%、98.06%、101.31%、96.86%、97.86%、96.16%、97.65%,平均回收率为 98.7%,平均 RSD 值为 2.1%。

2.8 样品测定

依法测定 5 批样品,并计算 Pb 含量,结果见表 2。表明苈连抗病毒合剂中 Pb 含量符合规定。

表 1 样品中铅的量($n=3$)
Table 1 Pb content in samples ($n=3$)

样品批号	Pb 的量/ $(\mu\text{g}\cdot\text{g})$	RSD 值/%
20130114	0.574	2.4
20130209	0.473	1.9
20130311	0.642	2.8
20130405	0.304	2.7
20130420	0.405	2.9

3 讨论

根据《药用植物及制剂进出口行业绿色行业标准》^[4]的相关规定,Pb 含量应 ≤ 5.0 mg/kg,对上述 5 批合剂中重金属 Pb 进行检测,5 批结果均符合规定。

对于有害元素的限量检查,首先需要破坏消解有机基体,使待测元素完全转化为无机离子状态。《中国药典》规定了常用的 3 种消解方法:微波消解、湿法消解、干法消解。本文采用湿法消解具有适应性强,挥发损失或附着损失小等优点。以硝酸-高氯酸的混合溶液作消解液,并浸泡过夜,可防止样品在最初消解阶段反应过于强烈,造成金属元素元素的挥发,影响结果的准确性。加热消解过程宜缓缓进行,始终保持溶液微沸即可,不宜升温过快,否则将影响溶液澄清度。石墨炉原子吸收法测定苈连抗病毒合剂中 Pb 含量,方法的精密度、重复性、稳定性均良好,能保证药品安全、有效。

参考文献

- [1] 金红宇,田金改,林瑞超.原子吸收分光光度法测定中药中部分重金属及有害元素的含量[J].中国药品标准,2005,6(4):135-140.
- [2] 中国药典[S].一部.2010:附录 32-33.
- [3] 伍晓群,李健和,徐幸民.原子吸收分光光度法测定二花三草合剂中重金属铅的含量[J].中国医药导报,2011,8(20):105-106.
- [4] 中国对外贸易经济合作部.药用植物及制剂进出口行业绿色行业标准[S].2001:7.