

岛津应用数据集

●光谱分析

AAS-

微波消解石墨炉原子吸收法测定药用空心胶囊中的铬含量

摘要：参考2010年《中国药典》，以硝酸钼为基体改进剂，采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了胶囊中的铬含量，结果表明，在0~10 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性关系良好，相关系数 $r=0.9999$ ，方法检出限为0.16 $\mu\text{g/L}$ ，加标回收率在91.07%~92.35%之间，该方法可满足药用空心胶囊中微量铬元素的测定。

关键词： 胶囊 铬 2010 药典 原子吸收 石墨炉

胶囊和片剂用明胶为动物(包括鱼和家禽)胶原蛋白不完全酸水解(A型)、碱水解(B型)或酶降解后纯化得到的制品，是上述3种不同型明胶的混合物。目前，国家曝光了部分企业为了自身经济利益，不顾公众的健康和生命安全，用蓝矾皮(鞣制过的各种皮革边角料)生产明胶。部分空心胶囊企业为了追求利润，则采用劣质明胶为原料，在条

件极差的环境中生产空心胶囊。蓝矾皮中含有大量的铬，且无法清洗去除。铬对人体有较大的毒性，环境中低浓度的铬会引起亚急性慢性中毒，粉尘还会引起肺炎、溃疡、肺癌等疾病。本文参考2010年《中国药典》，以硝酸钼为基体改进剂，采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了药用空心胶囊中的铬含量。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品(50% 硝酸浸泡 24 小时); 实验所用酸均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

将阿莫西林胶囊和感冒灵胶囊中的药剂取出后，分别称量约0.5 g空心胶囊，置于聚四氟乙烯消解罐内，加入硝酸5~10 mL，混匀，浸泡过夜，盖好内盖，旋紧外套，置于微波消解炉内，进行消解(按仪器规定的消解程序操作)。消解完全后，将消解罐置于电热板上，120℃缓缓加热至红棕色蒸气挥尽并近干，过滤沉淀(钛白粉)后，用2%硝酸转入50 mL量瓶中，定容至刻

度，摇匀，待测。同法制备空白。

2 结果与讨论

2.1 仪器工作参数

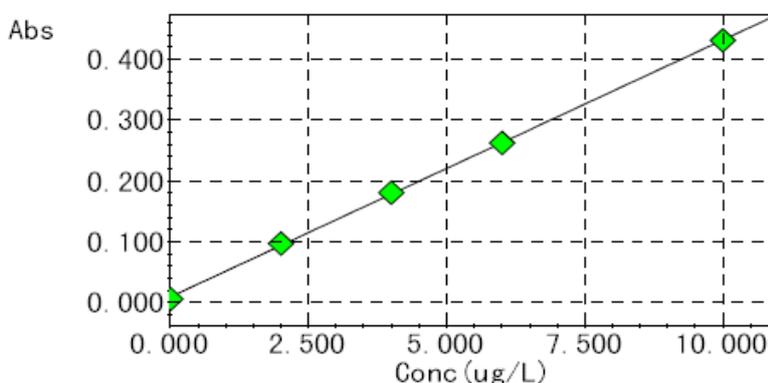
波长 357.9 nm，狭缝宽 0.7 nm，点灯方式 BGC-D₂，灯电流 10 mA，热解石墨管，石墨炉升温程序见表 1

表 1 石墨炉升温程序

升温步骤	温度(°C)	时间(s)	加热方式	灵敏度	气体流量(L/min)
1	150	20	RAMP	REGULAR	0.1
2	250	10	RAMP	REGULAR	0.1
3	800	10	RAMP	REGULAR	1
4	800	10	STEP	REGULAR	1
5	800	3	STEP	HIGH	0
6	2300	3	STEP	HIGH	0
7	2600	2	STEP	REGULAR	1

2.2 标准曲线

配制 0.00, 2.00, 4.00, 6.00 和 10.00 $\mu\text{g/L}$ 铬的标准溶液，采用 30 mg/L 硝酸钡做基体改进剂（进样量 10 μL ），总进样体积为 30 μL ，得到图 1，元素铬的工作曲线。



$$\text{Abs} = 0.042191\text{Conc} + 0.0096986$$

$$r = 0.9999$$

图 2 铬元素标准曲线

在 0.00~10.00 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，铬的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9999$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得铅的方法检出限分别为：0.16 $\mu\text{g/L}$ 。

2.2 样品测定结果

分别称取阿莫西林胶囊和感冒灵胶囊 2 份胶囊样品，微波消解定容后，分别测定试样中的铬含量，其结果见表 2。

表2 胶囊样品中铬元素的分析结果

样品名称	称样量 (g)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/Kg)	RSD (%)
阿莫西林胶囊	0.3940	5.93	0.76	2.01
感冒灵胶囊	0.4665	6.28	0.67	0.70

实验结果表明市场销售该批次的阿莫西林胶囊和感冒灵胶囊样品中的铬含量小于限量值 2 mg/Kg。

2.3 加标回收实验

以同样的方法进行前处理，对阿莫西林胶囊和感冒灵胶囊样品，进行了加标回收率实验，其结果见表3。

表3 胶囊样品的回收率

样品名称	加标前 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标后 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
阿莫西林胶囊	5.93	10.00	15.40	91.07
感冒灵胶囊	6.28	10.00	15.80	92.35

3. 结论

本文参考2010年《中国药典》，以硝酸钼为基体改进剂，采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了药用空心胶囊中的铬含量。该方法操作简便，检测限低，回收率好，可满足胶囊和片剂用明胶中有害元素铬的控制，保证用药安全有效。