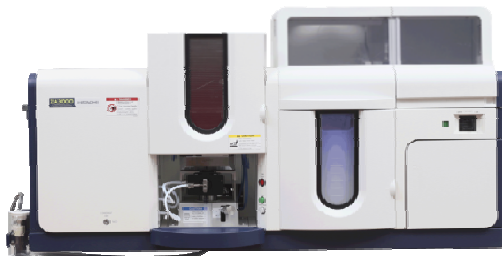


## 氢化物发生原子吸收测定药品中砷、汞含量

保健药品重金属污染问题日益受到人们的关注,国内部分地区监测显示保健食品重金属污染比较严重。而重金属危害又属砷和汞较严重,汞中毒损伤神经、肾脏、心脏、肝脏;慢性砷中毒潜伏期可达到几年甚至几十年,慢性砷中毒有消化系统的症状,神经系统症状和皮肤病变,另外砷还有致癌作用。砷和汞因其含量稀少,灵敏度低,一直是大家普遍关心且难度又大的两种元素。本文参照《中国药典(2010)》附录IX B,以减肥营养补充品左旋肉碱的生产原料左旋肉碱酒石酸盐为代表,采用氢化物发生原子吸收法,分析砷,汞含量,为药物中重金属砷、汞含量的测定提供参考。

### 1. 仪器设备

日立 ZA3000 原子吸收光谱仪(带氢化物发生器)



砷元素空心阴极灯:北京有色金属研究院国产灯

汞元素空心阴极灯:衡水市宁强光源有限公司国产灯

Barnstead 超纯水装置(美国)

### 2. 试剂

砷、汞标准溶液:1000  $\mu\text{g/mL}$  (国家标准物质中心)

硝酸(GR,北京化工厂)、硫酸(AR,北京化工厂)、盐酸(AR,北京化工厂)、高氯酸(AR,北京化工厂)、碘化钾(AR,西陇化工股份有限公司)、高锰酸钾(AR,西陇化工股份有限公司)、盐酸羟胺(AR,西陇化工股份有限公司)、硼氢化钠(国药集团化学试剂有限公司)、氢氧化钠(GR,北京化工厂)

实验用水均为去离子水

### 3. 砷测试实验（氢化物法）

#### 3.1 标准溶液的配制

砷标准储备液的制备：精密量取砷单元素标准溶液适量，用 2% 硝酸溶液稀释，制成每 1ml 含砷（As）0.1 $\mu$ g 的溶液。

标准曲线的制备：分别精密量取砷标准储备液适量，用 2% 硝酸溶液稀释制成每 1ml 分别含砷 0ng、5ng、20ng、30ng、50ng 的溶液。分别精密量取 10ml，置 25ml 量瓶中，加 25% 碘化钾溶液（临用前配制）1ml，摇匀，用盐酸溶液（20→100）稀释至刻度，摇匀，密塞，置 80℃ 水浴中加热 3 分钟，取出，放冷。吸入氢化物发生装置，测定吸收值，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

#### 3.2 仪器工作条件

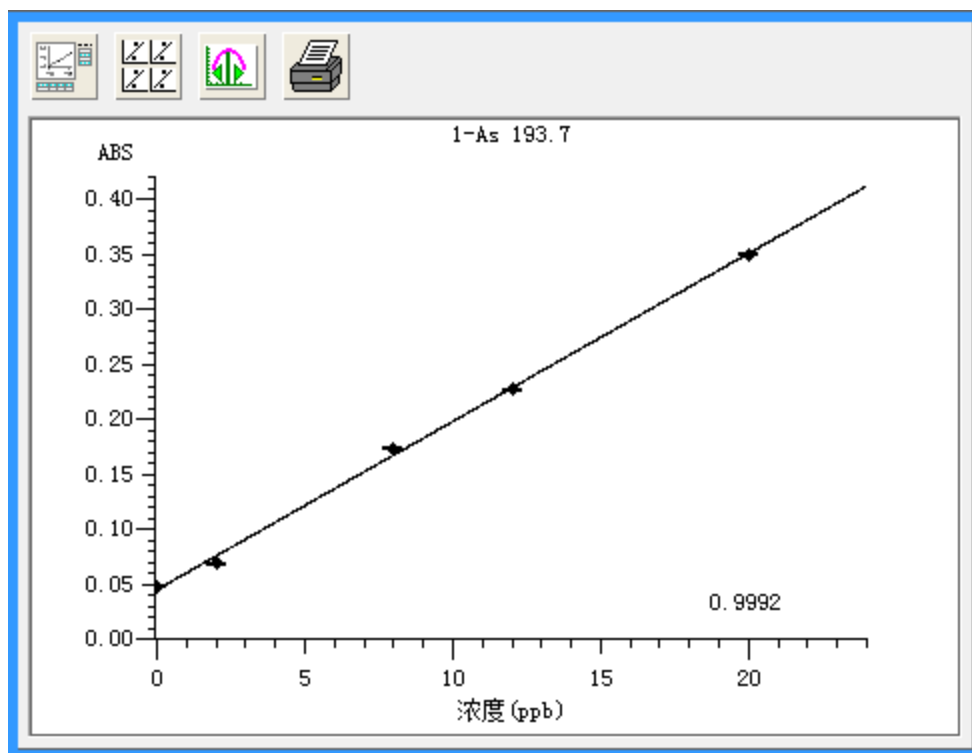
仪器条件		测定参数
元素 As	原子化器：标准燃烧头	测定模式：工作曲线
仪器：ZA3000	火焰：空气-乙炔	信号模式：BKG 校正
原子化方式：	燃气流速：1.2L/min	曲线类型：线性
检测波长：193.7nm	助燃气：160KPa 15L/min	计算方式：积分
狭缝宽度：1.3nm	燃烧头高度：7.5mm	延迟时间：0s
灯电流：8mA	时间常数：1.0s	计算时间：3.0s

#### 3.3 标准曲线的绘制

采用氢化物发生装置，以含 1% 硼氢化钠和 0.4% 氢氧化钠溶液（临用前配制）作为还原剂，盐酸溶液（1→100）为载液，氩气为载体，检测波长为 193.7nm 绘制标准曲线。

天美（中国）科学仪器有限公司  
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 100107  
TEL:010-64010651  
FAX:010-64060202



	CONC ( $\mu$ g/L )	RSD (%)	ABS	REF
STD1	0.0	0.42	0.0481	-0.0096
STD2	2.0	1.31	0.0689	-0.0082
STD3	8.0	0.46	0.1733	0.0051
STD4	12.0	0.18	0.2267	0.0128
STD5	20.0	0.37	0.3501	0.0327

### 3.4 供试品溶液的制备与测试

取供试品 1.0g，精密称定，置锥形瓶中，加硝酸-高氯酸（5：1）混合溶液 6ml，混匀，瓶口加一小漏斗，浸泡过夜。置电炉上加热消解，保持微沸，变棕黑色，分批次共加硝酸 16ml，持续加热直至溶液澄清，直至白烟散尽，消解液呈淡黄色，放冷，转入 25ml 量瓶中，用 2%硝酸溶液洗涤容器，洗液合并于量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。分别精密量取 10ml，置 25ml 量瓶中，加 25%碘化钾溶液（临用前配制）1ml，摇匀，用盐酸溶液（20→100）稀释至刻度，摇匀，密塞，置 80℃水浴中加热 3 分钟，取出，放

冷。同法同时制备试剂空白溶液。

供试品测试：照标准曲线的制备方法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中砷的含量。

### 3.5 测试结果

#### 砷元素测试结果

	称样量 (g)	定容体积 (ml)	稀释倍数	测试值 ug/l	As 含量 mg/kg
103	1.0060	25	2.5	0.994	0.062
104	1.0107	25	2.5	1.033	0.064
105	1.0066	25	2.5	-0.275	未检出

## 4. 汞测试实验（冷吸收法）

### 4.1 标准溶液的配制

汞标准储备液的制备：精密量取汞单元素标准溶液适量，用 2% 硝酸溶液稀释，制成每 1ml 含汞 (Hg) 1μg 的溶液，即得 (0~5℃ 贮存)。

4.2.5.3 标准曲线的制备：分别精密量取汞标准储备液 0ml、0.1ml、0.3ml、0.5ml、0.7ml、0.9ml、1.0ml，置 50ml 量瓶中，加 20% 硫酸溶液 10ml、5% 高锰酸钾溶液 0.5ml，摇匀，滴加 5% 盐酸羟胺溶液至紫红色恰消失，用水稀释至刻度，摇匀。取适量，吸入氢化物发生装置，测定吸收值，以峰面积（或吸光度）为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

### 4.2 仪器工作条件

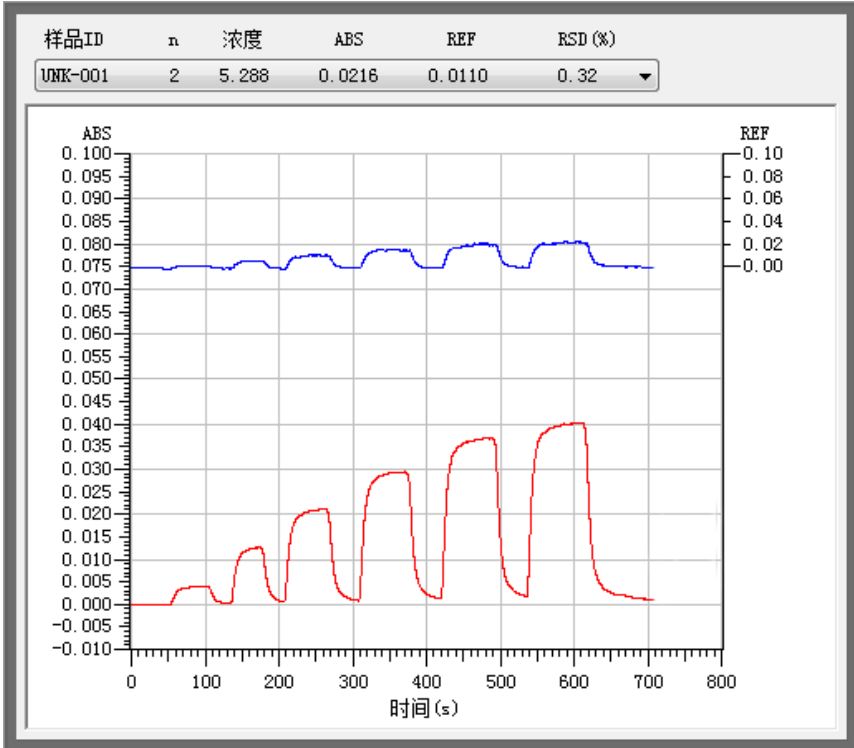
仪器条件		测定参数
元素 Hg	原子化器：汞池	测定模式：工作曲线
仪器：ZA3000	火焰：空气	信号模式：BKG 校正
原子化方式：冷吸收	燃气流速：1.2L/min	曲线类型：线性
检测波长：253.7nm	助燃气：160KPa 15L/min	计算方式：积分
狭缝宽度：1.3nm		延迟时间：0s

天美（中国）科学仪器有限公司  
TECHCOMP (CHINA) LTD.  
  
中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 100107  
TEL:010-64010651  
FAX:010-64060202

灯电流：6mA	时间常数：1.0s	计算时间：3.0s
---------	-----------	-----------

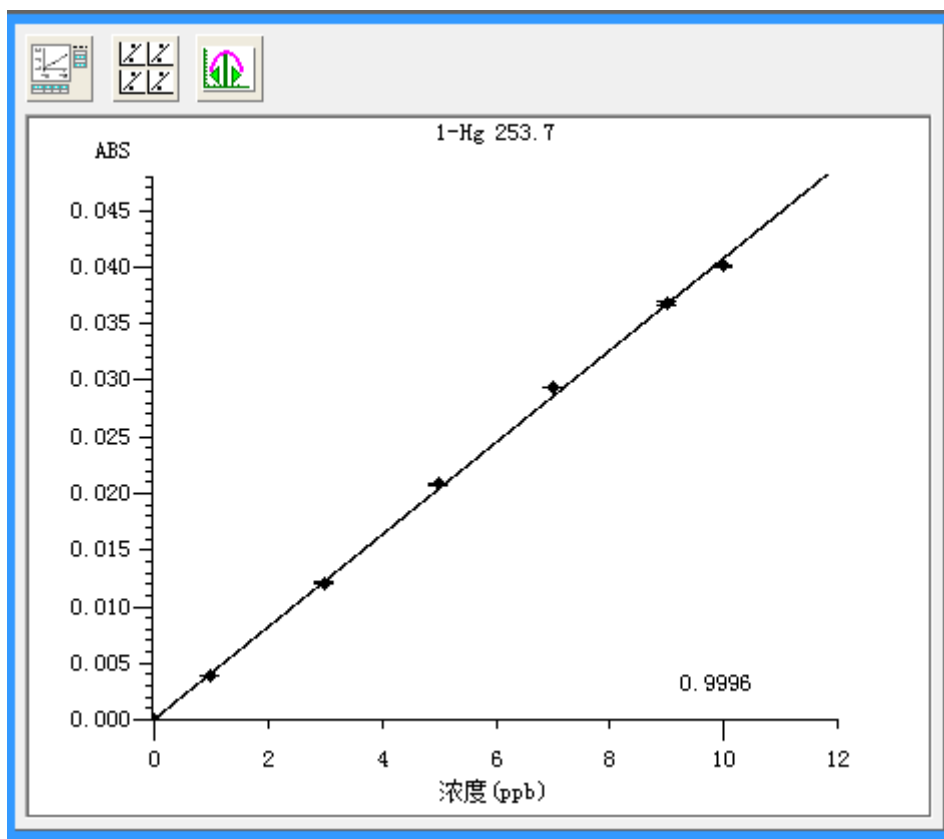
### 4.3 标准曲线的绘制

采用氢化物发生装置，以含 0.5%硼氢化钠和 0.1%氢氧化钠的溶液（临用前配制）作为还原剂，盐酸溶液（1→100）为载液，氩气为载气，检测波长为 253.6nm 绘制标准曲线。



天美（中国）科学仪器有限公司  
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 100107  
TEL:010-64010651  
FAX:010-64060202



	CONC ( μ g/L)	RSD (%)	ABS	REF
STD1	0.0	——F	0.0000	-0.0011
STD2	1.0	0.00	0.0039	0.0008
STD3	3.0	0.83	0.0121	0.0051
STD4	5.0	0.48	0.0208	0.0099
STD5	7.0	0.00	0.0293	0.0149
STD6	9.0	0.27	0.0368	0.0200
STD7	10.0	0.25	0.0401	0.0212

#### 4.4 供试品溶液的制备与测试

取供试品粗粉 1.2g，精密称定，置锥形瓶中，加硝酸-高氯酸（5：1）混合溶液 6ml，混匀，瓶口加一小漏斗，浸泡过夜。置电炉上，于 100℃左右加热消解，产生棕色烟，分 2 批次共加硝酸 10ml，持续加热直至溶液澄明，白烟散尽，消解液呈淡黄色，加 20％

硫酸溶液 5ml、5% 高锰酸钾溶液 0.5ml，摇匀，滴加 5% 盐酸羟胺溶液至紫红色恰消失，转入 25ml 量瓶中，用水洗涤容器，洗液合并于量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。同法同时制备试剂空白溶液。

供试品测试：照标准曲线的制备方法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中汞的含量。

#### 4.5 测试结果

##### 汞元素测试结果

	称样量 (g)	定容体积(ml)	测试值 ug/l	Hg 含量 mg/kg
103	1.2060	25	0.093	0.0019
104	1.2140	25	0.021	0.0004
105	1.2176	25	0.168	0.0034

#### 5 结论

采用日立 ZA3000 原子吸收分光光度计搭载 HFS-3 氢化物发生器对左旋肉碱酒石酸盐中的砷、汞进行测试，操作简单快速，试液和试剂消耗少，重现性良好。ZA3000 的火焰部分采用塞曼背景校正技术，即使是使用氢化物发生装置，同样可以进行精确的背景校正。