

微波消化技术在中药微量重金属元素 测定中的应用

何连军

(浙江康恩贝制药股份有限公司)

在药品的出口过程中，一般都要求控制其中的有害重金属元素，而要测定其中的重金属元素，首先要对药品进行消化处理，即破坏、消解样品的有机基体，使待测元素完全转变为无机离子状态，从而有效地进行下一步的测定工作。中药中的重金属元素含量一般都很低，稍有污染或挥发损失，将会带来较大的误差，因此中药中微量重金属元素含量检测准确与否，关键问题是样品的前处理。

常用中药材种类繁多，其中包括植物根、茎、果实、叶、花、种子、树脂、动物、矿物类等，每种药材又含有不同类型的有机物、蛋白质、氨基酸等。对于中药，特别是中成药制剂，少则几味药材组成，多则几十味药材组成，成分复杂不易分解完全，加之不同的中药有不同的工艺制法，这给样品的消化处理带来了较大的困难。传统消化样品的方法有干法消化和湿法消化，干法消化即高温灰化，其缺点是费时长，耗电多，易造成金属元素的挥发损失；湿法消化即加强氧化剂敞口加热进行样品消化，其缺点是试剂耗用量大，容易引入污染，空白值高，产生的烟雾易对环境和人员造成污染，且不易消化完全，因此这两种样品消化方法都会影响后续的测定工作，也即难以准确定量中药中的重金属元素。

压力自控密闭微波溶样技术是一种新型的样品前处理技术，是目前世界上样品前处理最先进和最理想的方法之一，它具有常规方法无

可比拟的优越性，已逐渐被分析化学界人士认可和广泛的应用。微波加热是直接通过物质吸收微波能量来达到快速加热的目的，用密闭容器又能同时获得高温、高压，这样不仅能提高反应的速率，而且还可以提高试样的分解能力，以达到理想的消解效果。在微波体系中，样品分解要受到许多复杂因素的影响，其中样品溶剂的选择非常重要。大多数无机酸都是良好的微波吸收体，某些酸在密闭容器中经微波作用后其稳定性、蒸汽压等性质都会引起不同的变化。单一酸及混合酸的性质在有关文献资料上有些介绍，但应用时应结合自身工作经验，根据样品的基体组分和被测元素的性质，分解效果，反应后得到的是不是可溶性盐，所用酸引入空白值的大小，反应的速率等情况来全面考虑选用什么酸，是单一酸还是混合酸。为增加氧化剂对样品有机质的氧化能力，就必须选择适合的混酸组、合理的混酸比，因为每种酸都只能有效地分解某一基体中个别组分的能力，混合酸就能达到互补的作用，在溶样过程中可与另一种酸形成络合物，有效地溶解样品。

本人采用上海新仪微波化学科技有限公司生产的 MK-III型压力自控密闭微波消解系统，参考有关资料，经过大量的试验工作，发现通过控制适当的压力(1.5Mpa-3.0Mpa)和时间(5-20 分钟)，采用硝酸-过氧化氢氧化体系(5: 1，用量视样品消解程度的难易)能将中药中复杂的有机成分消化完全，并通过方法学的研究建立了中药中痕量重金属元素的测定方法，即以微波消化样品，火焰原子吸收法测定中药中的铜元素，石墨炉原子吸收法测定中药中的铅元素和镉元素，氢化物原子吸收法测定中药中的砷元素和汞元素，其线性、精密度、重现性

和稳定性都达到要求，回收率在 90.0-105.0%左右，符合痕量测定的要求。通过对上海新仪微波化学科技有限公司生产的 MK-III型压力自控密闭微波消解系统的应用，本人总结出压力自控密闭微波溶样技术具有以下优点：

1. 样品分解完全。由于分解反应是在高温、高压的密闭容器里进行，在应用合理的酸和溶剂，控制最佳压力和微波加热时间的条件下，使样品在无污染和无损失的情况下达到完全分解。

2. 溶样速度快。由于样品和溶剂的反应是在瞬间吸收微波辐射能量后即产生的，不需传热过程，瞬时可达较高的温度，消除了热量传导过程中能量的损失，因而样品分解所需时间比常规法大大缩短，一般溶样所需时间不超过 20 分钟。

3. 经济。密闭消化消除了溶剂的挥发，最大限度地发挥了溶剂的作用，因此消耗的试剂量少，加热时间短，操作简便，降低了分析成本和减轻了分析工作者的劳动强度。

4. 简便。只需把样品及溶剂放入消解罐内，调整好所需要的压力，设定好加热时间即可进行微波消解。

5. 污染少。由于样品消解是在密闭容器里进行的，没有酸雾的泄漏，消除了对环境和人员的污染。

总之，微波溶样技术是世界上最先进的样品预处理技术之一，它结合高压消解和微波快速加热两方面的性能，与传统的溶样方法相比，具有样品消解快、试剂耗用量少、空白值低、避免挥发损失和回收完全等突出优点，还能消解许多常法难以消解的样品，适合各类分

析试样的前处理，尤其适合痕量分析和超纯分析。

浙江康恩贝制药股份有限公司

何连军

二 00 三年十二月