

Анализ фитопрепаратов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с микроволновой плазмой

Авторы

Chunhua Wu, Yuhong Chen,
Kun Ouyang, Zhixu Zhang

Craig Taylor

Agilent Technologies



Введение

Правительство Китая уделяет большое внимание вопросам безопасности клинического применения фитопрепаратов китайской медицины.

Последние научно-технические достижения позволили более детально изучить влияние тяжелых металлов, в том числе Pb, Cr, Cu, Ni, As, K, Na и Ca, содержащихся в составе некоторых фитопрепаратов. Поэтому при контроле качества фитопрепаратов важное значение приобретает анализ как токсического, так и положительного воздействия тяжелых металлов, уровни содержания которых строго регламентированы. Для повышения безопасности и возможности применения фитопрепаратов в июле 2010 года была разработана Китайская фармакопея (2010 года издания), ставшая в настоящее время стандартом для китайских лекарственных плодовых культур, компонентов китайских травяных препаратов, запатентованных китайских препаратов, экстрактов трав.



Agilent Technologies

Компания "Аджилент Текнолоджиз"

Фармакопея описывает методы контроля тяжелых металлов и токсичных элементов в препаратах традиционной китайской медицины, где представлены предельные значения их содержания в составе различных продуктов, таких как инъекционные растворы, плоды дерезы китайской (*Lycium chinense*), женьшеня, кодонопсиса (*Dang Shen*), боярышника и т.д, а также препаратов для детей и медикаментов длительного применения. Экспорт фитопрепаратов находится под тщательным контролем, и высокое содержание тяжелых металлов в препаратах традиционной китайской медицины уже вызвало бурную реакцию на международном уровне. По происхождению фитопрепараты — весьма сложные вещества, содержащие множество элементов с различными уровнями концентраций, как высокими, так и низкими.

Для определения основных элементов в составе проб препаратов китайской народной медицины был разработан быстрый, простой и точный метод, позволяющий использовать новый метод элементного анализа — атомно-эмиссионную спектроскопию с микроволновой плазмой (microwave plasma-atomic emission spectrometry — MP-AES). Метод МП-АЭС представляет собой идеальное и недорогое решение для проведения многоэлементного анализа фитопрепаратов с высокой чувствительностью и производительностью, позволяющее снизить эксплуатационные издержки и повысить уровень безопасности в лаборатории.

В атомно-эмиссионном спектрометре 4100 МП-АЭС плазма возбуждается на азоте с помощью высокочастотного магнитного поля, генерируемого магнетронами. Высокостабильная плазма позволяет получить широкий линейный динамический диапазон и достичь низких пределов обнаружения и высокой скорости анализа. Пределы обнаружения со скоростью анализа на 4100 МП-АЭС значительно превосходят возможности атомно-абсорбционных спектрометров с пламенной атомизацией. Использование атомно-эмиссионного спектрометра с микроволновой плазмой позволяет избежать необходимости использования дорогостоящих и опасных газов, таких как ацетилен и закись азота. При использовании 4100 МП-АЭС значительно снижаются эксплуатационные расходы и повышается безопасность работы, т.к. нет необходимости в лампах с полым катодом и отсутствует необходимость использовать горючие и опасные газы. При работе спектрометра в комплексе с генератором азота еще больше снижаются эксплуатационные расходы, т.к. нет необходимости в использовании балонных газов.

Полученные результаты вполне соответствовали данным традиционных методов анализа. Воспроизводимость метода составила 90–110%, а пределы обнаружения метода для большинства элементов — менее 3 мкг/г для твердого образца. Выход и точность также отличались высокими

характеристиками, что говорит о потенциальной возможности прибора 4100 МП-АЭС удовлетворить самым жестким требованиям различных отраслей промышленности.

Экспериментальная часть

Прибор

Прибор 4100 МП-АЭС компании "Аджилент" использовался для определения общего содержания металлов для ряда анализируемых веществ в составе лекарственных трав. Положение горелки и давление аргона на распылителе были оптимизированы автоматически с помощью программного обеспечения MP Expert компании "Аджилент". В таблице 1 представлены условия проведения анализа.

Таблица 1. Условия проведения анализа

Параметр прибора	Настройка
Распылитель	Стеклянный концентрический
Камера распылителя	Однопроходная стеклянная циклоническая
Трубки для образцов	Оранжевые/зеленые
Трубки для отходов	Голубые/голубые
Время считывания	3 с
Давление в распылителе	160–220 кПа
Количество повторов	3
Время стабилизации	15 с
Коррекция фона	Автоматически

Пробоподготовка

Пробы готовили методом микроволнового разложения. Взвешивали примерно 0,40 г проб листьев West Gan, листьев с эндогенным галанином и женьшеня и помещали в сосуд из политетрафторэтилена (PTFE). Пробы готовили в двух параллелях, используя 5 мл HNO_3 , 0,5 мл HCl и 1 мл H_2O_2 . После разложения сосуд охлаждали до комнатной температуры и разбавляли его содержимое до конечного объема 30 мл.

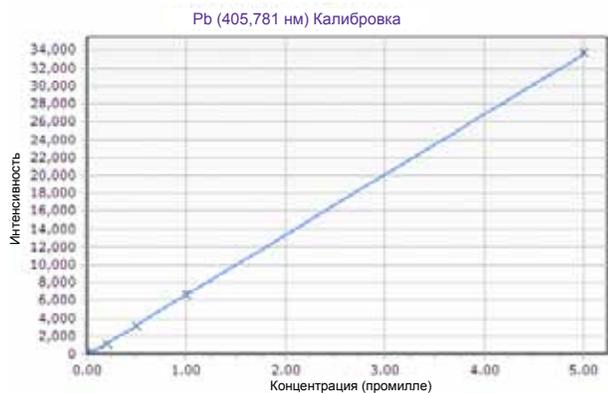
Результаты и обсуждение

Калибровочные кривые

Калибровку готовили с использованием многоэлементного стандартного раствора в матрице из 5% HNO_3 . Линейные коэффициенты корреляции для всех аналитов превысили 0,999. Калибровки для некоторых типичных элементов показаны на рисунке 1.

Результаты проб

С помощью описанного метода проанализированы три типичных фитопрепарата, и результаты сопоставлены с данными традиционных методов анализа. Как показано в таблице 2, результаты, полученные с помощью прибора МП-АЭС, полностью соответствуют данным традиционных методов анализа.



Интенсивность = 6737,6877* Концентрация = 117,3794
 Коэффициент корреляции: 0,99997



Интенсивность = 324301,8472* Концентрация = 18,0077
 Коэффициент корреляции: 0,99999

Рис. 1. Калибровки для некоторых типичных элементов

Таблица 2. Результаты образцов, мкг/мл

Элемент	Листья West Gan		Листья с эндогенным галанином		Женьшень	
	МП-АЭС	Традиционные методы	МП-АЭС	Традиционные методы	МП-АЭС	Традиционные методы
Al	420	425	411	418	294	289
Ba	47,6	47,5	17,8	17,7	42,1	41,6
Ca	18622	18659	13247	13305	2168	2212
Cr	22,6	23,0	5,88	5,96	1,16	1,06
Cu	9,07	9,04	6,75	6,80	6,17	6,16
Fe	820	821	457	458	193	199
K	18510	18651	17797	17829	11374	11220
Mg	5065	5018	4973	4951	1296	1337
Mn	297	299	372	371	33,5	33,8
Na	45,8	45,9	57,8	56,7	252	243
Ni	1,40	1,58	1,61	1,63	1,68	1,65
P	3579	3588	2030	2030	2296	2245
Pb	-	-	1,25	1,21	-	-
Zn	29,9	29,8	40,1	39,5	19,4	20,1

Предел обнаружения с помощью данного метода (Method detection limit — MDL)

Пустую пробу анализировали 11-кратно при оптимальных условиях. С помощью данного метода (MDL) для каждого элемента были рассчитаны пределы обнаружения, представленные в таблице 3.

Таблица 3. Пределы обнаружения для данного метода, частей на миллиард в образце

MDL	для элемента (частей на миллиард)
Al	0,2
Ba	0,05
Ca	0,02
Cr	0,1
Cu	0,07
Fe	0,35
K	0,05
Mg	0,03
Mn	0,06
Na	0,03
Ni	0,5
P	2,9
Pb	0,6
Zn	0,4

Для подтверждения эффективности метода была одновременно подготовлена и проанализирована проба Национального стандартного вещества (листья осины) GBW07604. Поскольку данная проба также относится к пробам листьев, ее характеристики типичны для большинства видов китайских фитопрепаратов, и ее часто используют для контроля качества фитопрепаратов. Как видно из таблицы 4, полученные значения хорошо согласуются с сертифицированными значениями.

Таблица 4. Результаты для GBW07604

Элемент	Единица измерения	значения полученные традиционными методами	МП-АЭС
Al	%	0,104 ± 0,06	0,06
Ba	мкг/г	26 ± 4	25
Ca	%	1,81 ± 0,13	1,68
Cr	мкг/г	0,55 ± 0,07	0,55
Cu	мкг/г	9,3 ± 1	9,0
Fe	мкг/г	274 ± 17	269
K	%	1,38 ± 0,07	1,35
Mg	%	0,65 ± 0,05	0,66
Mn	мкг/г	45 ± 4	49
Na	мкг/г	200 ± 13	188
Ni	мкг/г	1,9 ± 0,3	1,7
P	мкг/г	1680 ± 60	1720
Zn	мкг/г	37 ± 3	39

Заключение

Атомно-эмиссионный спектрометр с микроволновой плазмой 4100 МП-АЭС компании "Аджилент" является идеальным решением для определения содержания тяжелых металлов в традиционных лекарственных фитопрепаратах (TCM). Исследование показало, что подготовка проб путем микроволнового разрушения и последующий анализ на приборе 4100 МП-АЭС позволили с высокой точностью проанализировать содержание микро- и макроэлементов в составе трех типичных фитопрепаратов. Кроме того, эксплуатационные расходы при использовании прибора 4100 МП-АЭС компании "Аджилент" ниже по сравнению с другими сопоставимыми методами, такими как пламенная атомная абсорбциометрия (АА), а использование негорючих газов устраняет проблемы в отношении безопасности, связанные с использованием ацетиленового газа и азота.

Дополнительное использование генератора азота 4107 компании "Аджилент" позволяет значительно сократить расходы на газ, а также проводить анализ в удаленных регионах, где газ труднодоступен или доступен по высокой цене.

www.agilent.com/chem

© Agilent Technologies, Inc. 2012

Опубликовано 23.03.2012 г.

Номер публикации: 5990-9791RU



Agilent Technologies

Компания "Аджилент Текнолоджиз"