



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105954506 B

(45)授权公告日 2018.02.09

(21)申请号 201610272249.7

G01N 1/38(2006.01)

(22)申请日 2016.04.28

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105954506 A

CN 105203765 A, 2015.12.30, 说明书第0017-0303段.

(43)申请公布日 2016.09.21

Marzo等.High sensitive gold-nanoparticle based lateral flow Immunodevice for Cd<sup>2+</sup> detection in drinking waters.《Biosensors and Bioelectronics》.2013,第47卷第190-198页.

(73)专利权人 苏州市天灵中药饮片有限公司  
地址 215000 江苏省苏州市高新区嵩山路218号

Ibolya Bontidean等.detection of heavy metal ions at femtomolar levels using protein-based biosensors.《Ana.Chem.》.1998,第4162-4169.

(72)发明人 李建华

审查员 陈伟潘

(74)专利代理机构 南京经纬专利商标代理有限公司 32200

代理人 楼高潮

(51)Int.Cl.

G01N 33/53(2006.01)

G01N 1/28(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种中药饮片中重金属生化检测方法

(57)摘要

本发明公开了一种中药饮片中重金属生化检测方法,包括粉碎、除杂、免疫反应和免疫亲和层析检测步骤。与现有技术相比,本发明具有以下优点:(1)本发明所述检测方法线性范围宽,干扰少;(2)本发明所述的检测方法可以检测的元素种类多,且检测灵敏度高、操作简便。

1. 一种中药饮片中重金属生化检测方法,其特征在于,包含以下步骤:

(1) 将中药样品加入粉碎机中,功率为1.7kW/h、转速为2850转/分钟、每小时投入饮片量为3.8kg,粉碎研磨至粉状,粉末粒径为300目;

(2) 将步骤(1)获得的粉末与异丙醇按3:11混合,搅拌17分钟,过滤收集滤渣;用蒸馏水洗涤滤渣4次,并将滤渣置于65℃条件下干燥20分钟;

(3) 将步骤(2)获得的滤渣加入质量分数为6%的硫酸铵溶液中,并向其中加入牛血清蛋白,滤渣与牛血清蛋白的质量比为3:1,在8℃条件下反应12分钟后收集牛血清蛋白;

(4) 采用免疫亲和层析法检测步骤(3)获得的牛血清蛋白中的重金属成分及含量,检测温度为11℃。

## 一种中药饮片重金属生化检测方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于分析化学领域,涉及重金属残留的检测,尤其涉及一种中药饮片重金属生化检测方法。

### 背景技术

[0002] 中药因其具有独特的疗效和较小的毒副作用,正逐渐受到世界各国的重视。但是随之而来的重金属的含量问题也愈来愈受到人们的关注。中药中存在的重金属一般包括铅、汞、镉、砷等。不同种类的重金属作用于人体不同的系统或部位,表现的中毒症状不同,可对神经系统、消化系统、造血系统、人体新陈代谢等产生危害。重金属超标已成为影响中药出口,阻碍我国中医药走向世界的主要问题,因此准确检测和限定重金属的含量是保障人民用药安全,促进中药走向国际化的关键。

[0003] 目前常用的检测方法主要有比色法和仪器分析法等。随着对重金属限度要求的日益提高,仪器分析法已成为重金属检测的主要手段。

[0004] 由于中药中少量的重金属即可对人体各脏器产生严重危害,世界卫生组织已规定人体对重金属的吸收基线值,即短期内可耐受一周的摄入量,如汞为0.3mg、铅3mg、镉0.4~0.5mg。此外,由于对中药中重金属的限量缺乏统一的认识,许多国家对重金属的含量都有各自的限定标准,且每个国家的侧重点均不同,我国亦于2001年7月1日,发布了《药用植物及制剂进口绿色行业标准》。德国、加拿大、美国等欧美国家对中药料及成品中重金属的限量控制较为严格。另外我国在2010版《中华人民共和国药典》中规定,有27种药材制剂需做重金属测试,其中有6种药材:黄芪、金银花、西洋参、白芍、甘草、丹参要做有毒有害元素即铅、镉、砷、汞、铜的检查。

[0005] 目前中药中重金属检测常用的分析方法有紫外分光光度法、原子吸收分光光度法和原子荧光分光光度法。紫外分光光度法具有简便、快速的特点,但因干扰因素较多,并没有在重金属测定中占有重要地位,目前主要用于镉、铅、汞的测定。原子吸收分光光度法在重金属测定中应用较为成熟,包括火焰原子吸收分光光度法、石墨炉原子吸收分光光度法、氢化物原子吸收法及冷原子吸收法。火焰原子吸收分光光度法和石墨炉原子吸收分光光度法经常配合使用,操作快速简便,前者较后者检测速度快,后者较前者检测灵敏度高,两者的共同缺点是不能同时测定多种元素。氢化物原子吸收具有比石墨炉更低的检测限且干扰低,但需要专门的氢化物发生器,可检测的元素较少。冷原子吸收法只用于含汞元素的测定。原子荧光分光光度法检测限低于原子吸收分光光度法,线性范围宽,干扰少,但应用元素有限。

### 发明内容

[0006] 本发明解决的技术问题是:为了克服上述现有技术的缺陷,获得一种干扰因素小、检测灵敏度高、操作简便且可以同时检测多种元素的方法,本发明提供了一种中药饮片重金属生化检测方法。

[0007] 技术方案:一种中药饮片中重金属生化检测方法,包含以下步骤:

[0008] (1)将中药样品加入粉碎机中,功率为1.4~2.0kW/h、转速为2500~3100转/分钟、每小时投入饮片量为2.5~4.5kg,粉碎研磨至粉状,粉末粒径为200~400目;

[0009] (2)将步骤(1)获得的粉末与异丙醇按1~4:11混合,搅拌12~20分钟,过滤收集滤渣;用蒸馏水洗涤滤渣2~5次,并将滤渣置于56~78℃条件下干燥15~23分钟;

[0010] (3)将步骤(2)获得的滤渣加入质量分数为3%~8%的硫酸铵溶液中,并向其中加入牛血清蛋白,滤渣与牛血清蛋白的质量比为1~4:1,在6~12℃条件下反应5~15分钟后收集牛血清蛋白;

[0011] (4)采用免疫亲和层析法检测步骤(3)获得的牛血清蛋白中的重金属成分及含量,检测温度为6~15℃。

[0012] 优选的,步骤(1)中将中药样品加入粉碎机中,功率为1.7kW/h、转速为2850转/分钟、每小时投入饮片量为3.8kg,粉碎研磨至粉状,粉末粒径为300目。

[0013] 优选的,步骤(2)中将步骤(1)获得的粉末与异丙醇按3:11混合,搅拌17分钟,过滤收集滤渣;用蒸馏水洗涤滤渣4次,并将滤渣置于65℃条件下干燥20分钟。

[0014] 优选的,步骤(3)中将步骤(2)获得的滤渣加入质量分数为6%的硫酸铵溶液中,并向其中加入牛血清蛋白,滤渣与牛血清蛋白的质量比为3:1,在8℃条件下反应12分钟后收集牛血清蛋白。

[0015] 优选的,步骤(4)中采用免疫亲和层析法检测步骤(3)获得的牛血清蛋白中的重金属成分及含量,检测温度为11℃。

[0016] 有益效果:(1)本发明所述检测方法线性范围宽,干扰少;(2)本发明所述的检测方法可以检测的元素种类多,且检测灵敏度高、操作简便。

## 具体实施方式

[0017] 实施例1

[0018] 一种中药饮片中重金属生化检测方法,包含以下步骤:

[0019] (1)将中药样品加入粉碎机中,功率为1.4kW/h、转速为2500转/分钟、每小时投入饮片量为2.5kg,粉碎研磨至粉状,粉末粒径为200目;

[0020] (2)将步骤(1)获得的粉末与异丙醇按1:11混合,搅拌12分钟,过滤收集滤渣;用蒸馏水洗涤滤渣2次,并将滤渣置于56℃条件下干燥15分钟;

[0021] (3)将步骤(2)获得的滤渣加入质量分数为3%的硫酸铵溶液中,并向其中加入牛血清蛋白,滤渣与牛血清蛋白的质量比为1:1,在6℃条件下反应5分钟后收集牛血清蛋白;

[0022] (4)采用免疫亲和层析法检测步骤(3)获得的牛血清蛋白中的重金属成分及含量,检测温度为6℃。

[0023] 实施例2

[0024] 一种中药饮片中重金属生化检测方法,包含以下步骤:

[0025] (1)将中药样品加入粉碎机中,功率为1.7kW/h、转速为2850转/分钟、每小时投入饮片量为3.8kg,粉碎研磨至粉状,粉末粒径为300目;

[0026] (2)将步骤(1)获得的粉末与异丙醇按3:11混合,搅拌17分钟,过滤收集滤渣;用蒸馏水洗涤滤渣4次,并将滤渣置于65℃条件下干燥20分钟;

[0027] (3) 将步骤(2)获得的滤渣加入质量分数为6%的硫酸铵溶液中,并向其中加入牛血清蛋白,滤渣与牛血清蛋白的质量比为3:1,在8℃条件下反应12分钟后收集牛血清蛋白;

[0028] (4) 采用免疫亲和层析法检测步骤(3)获得的牛血清蛋白中的重金属成分及含量,检测温度为11℃。

[0029] 实施例3

[0030] 一种中药饮片重金属生化检测方法,包含以下步骤:

[0031] (1) 将中药样品加入粉碎机中,功率为2.0kW/h、转速为3100转/分钟、每小时投入饮片量为4.5kg,粉碎研磨至粉状,粉末粒径为400目;

[0032] (2) 将步骤(1)获得的粉末与异丙醇按4:11混合,搅拌20分钟,过滤收集滤渣;用蒸馏水洗涤滤渣5次,并将滤渣置于78℃条件下干燥23分钟;

[0033] (3) 将步骤(2)获得的滤渣加入质量分数为8%的硫酸铵溶液中,并向其中加入牛血清蛋白,滤渣与牛血清蛋白的质量比为4:1,在12℃条件下反应15分钟后收集牛血清蛋白;

[0034] (4) 采用免疫亲和层析法检测步骤(3)获得的牛血清蛋白中的重金属成分及含量,检测温度为15℃。

[0035] 采用上述实施例1~3所述生化检测方法对中药饮片中的重金属进行检测,结果如下表所示:

[0036]

|       | 可检测重金属种类        | 铅元素最低限量/<br>mg/kg | 汞元素最低限量/<br>mg/kg | 镉元素最低限量/<br>mg/kg |
|-------|-----------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| 实施例 1 | 铜、铅、砷、铬、<br>镉、汞 | 0.009             | 0.011             | 0.008             |
| 实施例 2 | 铜、铅、砷、铬、<br>镉、汞 | 0.001             | 0.006             | 0.002             |
| 实施例 3 | 铜、铅、砷、铬、<br>镉、汞 | 0.007             | 0.009             | 0.006             |

|                |  |         |            |
|----------------|--|---------|------------|
| 专利名称(译)        | 一种中药饮片中重金属生化检测方法                               |         |            |
| 公开(公告)号        | <a href="#">CN105954506B</a>                   | 公开(公告)日 | 2018-02-09 |
| 申请号            | CN201610272249.7                               | 申请日     | 2016-04-28 |
| [标]申请(专利权)人(译) | 苏州市天灵中药饮片有限公司                                  |         |            |
| 申请(专利权)人(译)    | 苏州市天灵中药饮片有限公司                                  |         |            |
| 当前申请(专利权)人(译)  | 苏州市天灵中药饮片有限公司                                  |         |            |
| [标]发明人         | 李建华  |         |            |
| 发明人            | 李建华  |         |            |
| IPC分类号         | G01N33/53 G01N1/28 G01N1/38                    |         |            |
| CPC分类号         | G01N1/286 G01N1/38 G01N33/53 G01N2001/2866     |         |            |
| 其他公开文献         | CN105954506A                                   |         |            |
| 外部链接           | <a href="#">Espacenet</a> <a href="#">SIPO</a> |         |            |

#### 摘要(译)

本发明公开了一种中药饮片中重金属生化检测方法，包括粉碎、除杂、免疫反应和免疫亲和层析检测步骤。与现有技术相比，本发明具有以下优点：(1)本发明所述检测方法线性范围宽，干扰少；(2)本发明所述的检测方法可以检测的元素种类多，且检测灵敏度高、操作简便。

|      | 可检测重金属种类        | 铅元素最低限量/<br>mg/kg | 汞元素最低限量/<br>mg/kg | 镉元素最低限量/<br>mg/kg |
|------|-----------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| 实施例1 | 铜、铅、砷、铬、<br>镉、汞 | 0.009             | 0.011             | 0.008             |
| 实施例2 | 铜、铅、砷、铬、<br>镉、汞 | 0.001             | 0.006             | 0.002             |
| 实施例3 | 铜、铅、砷、铬、<br>镉、汞 | 0.007             | 0.009             | 0.006             |