

ICPMS-2030 测定阿胶中重金属元素的含量

ICPMS-005

摘要：参考《中国药典 2015 版》，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定阿胶样品中多种金属元素含量，通过加标回收率实验对方法进行了验证。实验结果表明，该方法操作简单，定量准确，线性范围宽，样品无需稀释即可同时准确测定，可满足阿胶类样品中多种金属元素含量的同时分析。

关键词：中国药典 2015 阿胶 ICPMS-2030 金属元素

阿胶是传统的滋补上品、补血圣药，味甘平，入肺、肝、肾经，具有补血止血、滋阴润燥等功效，药食两用，长期服用可补血养血、美白养颜、抗衰老、抗疲劳、提高免疫力，适用人群广泛。随着目前人们生活水平的提高，对养生越来越重视，阿胶的需求量也日益增加，这对阿胶产品的质量监管提出越来越高的要求。为了有效监控阿胶中的 As、Cd、Cu、Hg 和 Pb 重金属含量，在

2015 版药典中明确了阿胶的以上重金属限量值，并将 ICP-MS 法作为推荐方法。ICP-MS 用于痕量金属元素分析，具有灵敏度高、线性范围宽、测试速度快、可同时测定多元素等优点。

本文参考《中国药典 2015 版》，采用岛津新品电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定了阿胶样品中重金属元素含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿为玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用的 HNO₃ 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

称取 0.2 g (精确至 0.0001 g) 试样于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 6 mL HNO₃，盖上消解罐盖，放入微波消解仪消解。消解结束后冷却至室温，打开密闭消解罐，将消解液转移至 50 mL 容量瓶中，用超纯水定容至刻线，摇匀，待测。

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5℃

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

碰撞气流速：6.0 mL/min

能量过滤器电压：5.0V

结果讨论

2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 1% HNO_3 的 As、Cd、Cu、Hg、Pb 元素不同浓度标准溶液于 50 mL 容量瓶中，配制浓度如表 2 所示，各内标元素浓度均为 10 $\mu\text{g/L}$ 。为保持 Hg 元素的稳定性，标准溶液中添加有浓度为 1 mg/L 的 Au 元素。

表1 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度($\mu\text{g/L}$)					
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
As*	75	0	1	5	10	30	50
Cd*	114	0	0.1	0.5	1	3	5
Cu*	63	0	10	50	100	300	--
Hg*	202	0	0.1	0.5	1	1.5	2
Pb*	208	0	1	5	10	30	50

注：*为使用氦气碰撞模式

2.2 部分元素标准曲线如下：

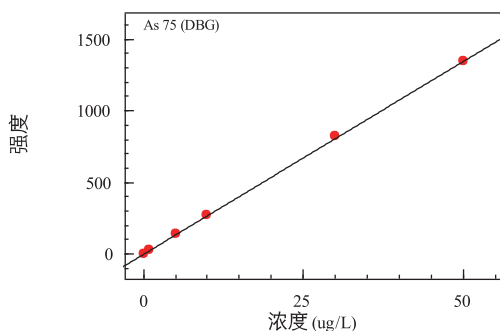


图1 As元素的标准曲线 $r=0.9999$

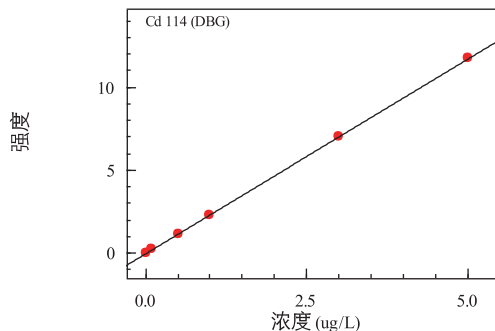


图2 Cd元素的标准曲线 $r=1.00000$

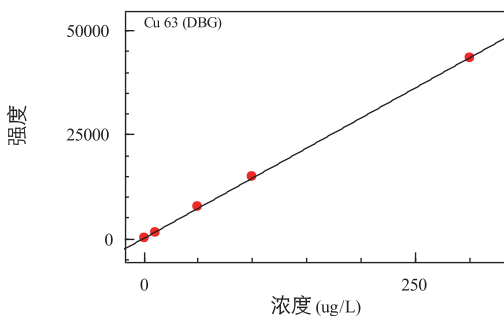


图3 Cu元素的标准曲线 $r=0.99991$

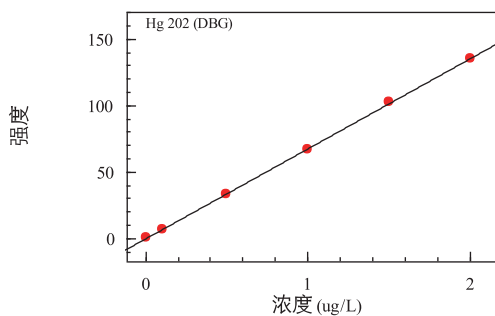


图4 Hg元素的标准曲线 $r=0.99998$

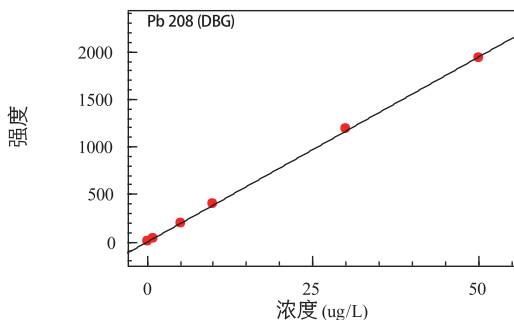


图5 Pu元素的标准曲线 $r=0.99990$

2.3 部分元素质量轮廓图

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除干扰。当分析结果异常，需要经验去识别甄选时，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素综合判断，对结果做出“Best”，“Good”和“NG”的判断，并给出相应的诊断依据，可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

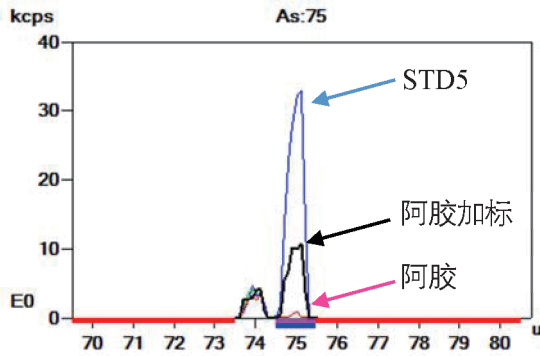


图6 As元素质量轮廓图

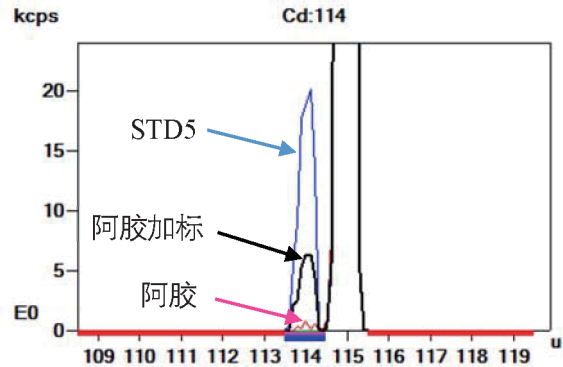


图7 Cd元素质量轮廓图

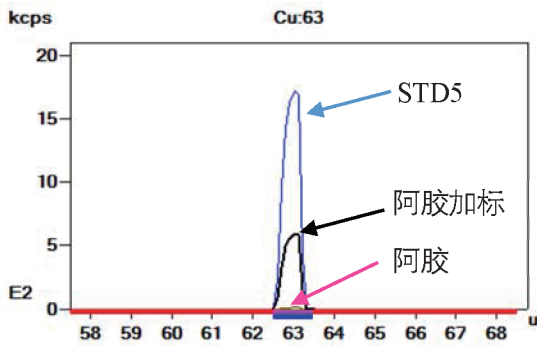


图8 Cu元素质量轮廓图

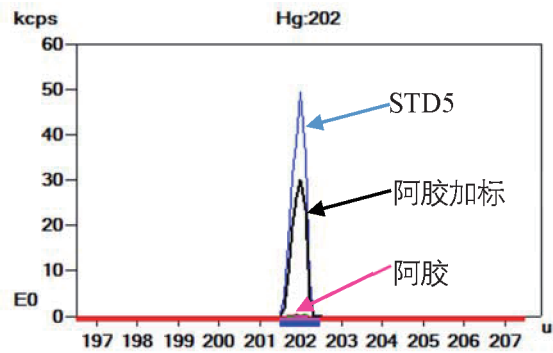


图9 Hg元素质量轮廓图

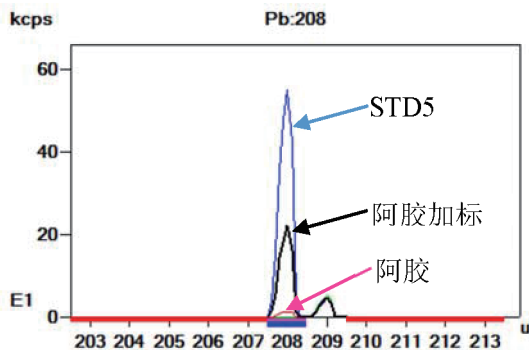


图10 Pb元素质量轮廓图

2.4 方法检出限

按照实验方法对标准曲线空白的分析元素进行 11 次测定，以结果的 3 倍标准偏差所对应的浓度值作为仪器检出限，并根据样品处理方法计算方法检出限，结果列于表 2。

表2 方法检出限

元素	仪器检出限($\mu\text{g/L}$)	方法检出限(mg/kg)
As*	0.005	0.001
Cd*	0.0005	0.0001
Cu*	0.03	0.008
Hg*	0.001	0.0003
Pb*	0.006	0.002

注：*为使用氦气碰撞模式

2.5 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 直接测定阿胶样品中重金属元素的含量，并进行加标回收实验。实验结果见表 3。

表3 阿胶分析结果

元素	校正内标	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 ($\mu\text{g/g}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(%) (n=3)	加标回收率 (%)
As*	^{74}Ge	0.42	0.096	10	10.3	1.00	98.7
Cd*	^{115}In	0.070	0.016	1	1.05	1.01	98.0
Cu*	^{74}Ge	0.934	0.212	100	108	1.23	107.1
Hg*	^{209}Bi	0.008	0.002	1	0.97	0.57	96.5
Pb*	^{209}Bi	0.582	0.132	10	11.3	0.58	107.2

注：*为使用氦气碰撞模式

结论

使用岛津公司新品 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了阿胶中的 As、Cd、Cu、Hg 和 Pb 金属元素含量，加标回收率在 96%~108% 之间。该方法具有灵敏度高，检出限低，精密度高，分析速度快，操作简单，可行度高等特点，可以完全满足药典规定的阿胶中多种金属元素准确分析的要求。