

# ICPMS-2030 测定藏成药中重金属元素的残留量

## ICPMS-061

**摘要：**本文采用了岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了藏成药样品中的 As、Cd、Cu、Hg 和 Pb 等 5 种金属元素，为相关品种重金属及有害元素的风险评估、标准完善和质量监督提供依据。实验结果表明，该方法具有灵敏度高，检出限低 (0.04~4.50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )，精密度高 (RSD<1.80%)，线性相关良好  $r > 0.999$ ，分析速度快，操作简单，加标回收率在 93.5~105.0%，该方法可适于藏药样品的重金属元素残留量的分析和测定。

**关键词：**ICPMS-2030 藏成药 重金属

藏药产业是中华民族的传统产业，也是当今快速发展的新兴产业，是我国医药经济中独具特色的重要组成部分，也是国际医药，特别是植物药、天然药物的有机组成部分。目前，我国已有几十种藏成药获得国家药品批准文号。

微量元素作为药物药性物质基础的重要组成部分，与药物的药性、药效乃至毒副作用密切相关，因此，微量元素的准确测定对药效研究、药品摄入的安全性问题，以及有害元素（如 As、Pb、Cu、Hg、Cu）的限量标准制定都有着十分重要的意义，由此，建立一种处理简单、快速、灵敏度高的方法来对藏成药中的重金属元素

进行测定显得尤为必要。

目前针对藏成药重金属的测定方法主要包括原子吸收光谱法、原子荧光光度法和原子发射光谱法等，大多只能用于单个元素的测定。ICP-MS 法可同时对多元素进行分析测定，并且具有灵敏度高、检出限低、线性范围宽等优点。

本实验以八味沉香丸为样品建立方法，并进行方法学考察。本实验采用电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 法同时测定上述藏成药中的 5 种重金属的残留量，为藏成药质量控制和安全性研究提供参考。

## 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

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，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；实验所用试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

将样品粉碎，精密称取待测样品 1.0 g，分别置微波消解罐中，加硝酸 5.0 mL，按操作规程安装好装置，消解 (10 min 升温至 120°C 保持 10 min, 10 min 升温至 150°C 保持 10 min, 10 min 升温至 200°C 保持 20 min)，消解结束后，冷却至 60°C 以下，去除消解罐，放冷，将消解液转入至 25 mL 容量瓶，用少量水洗涤消解罐 3 次，洗液合并至容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，即得供试剂溶液。同法同时制备试剂空白溶液。

### 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°C

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：7.0 V

## 结果与讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

使用 5% 硝酸配制 As、Cd、Cu、Hg、Pb 的标准溶液，配制浓度如表 1 所示。As、Cd 的内标元素为  $^{103}\text{Rh}$ ，Hg、Pb 内标元素为  $^{209}\text{Bi}$ ，Cu 内标元素为  $^{45}\text{Sc}$ ，内标元素采用在线加标模式，3 种内标浓度均为 100  $\mu\text{g/L}$ 。

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( $\mu\text{g/L}$ )				
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
As*	75	0.00	1.00	5.00	10.00	20.0
Cd*	114	0.00	0.50	2.50	5.00	10.0
Cu*	63	0.00	50.00	100.00	200.00	500.0
Hg*	202	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00
Pb*	208	0.00	1.00	5.00	10.00	20.0

注：\*为使用氦气碰撞模式

### 2.2 部分元素标准曲线

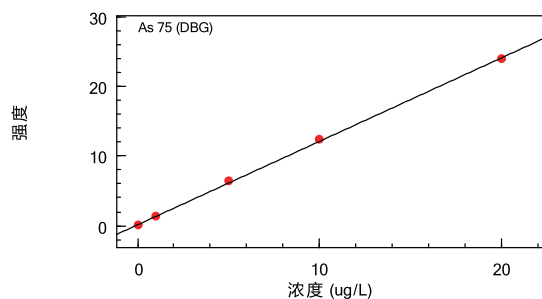


图 1 As 元素的标准曲线

$r = 0.99978$

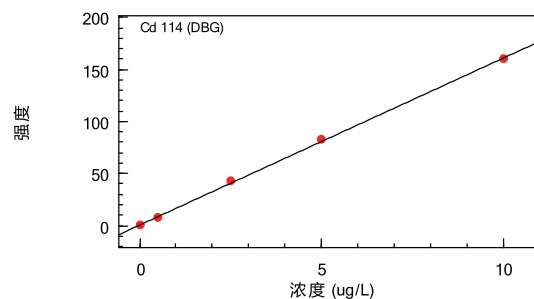


图 2 Cd 元素的标准曲线

$r = 0.99982$

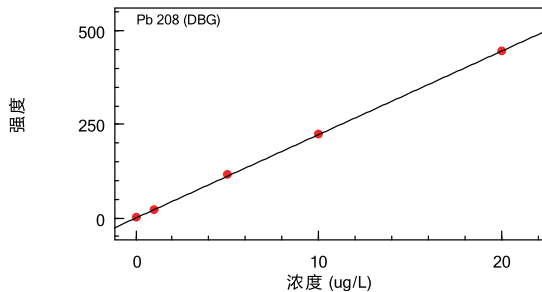


图 3 Pb 元素的标准曲线

$r = 0.99997$

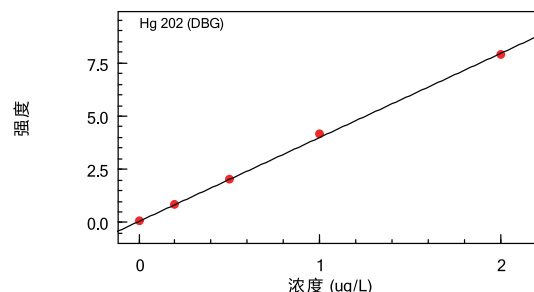


图 4 Hg 元素的标准曲线

$r = 0.99993$

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。

### 2.3 样品分析及检出限

对样品空白的分析元素进行 11 次测定，计算各元素的方法检出限，同时做加标实验。实验结果见表 2。方法检出限以样品称样量 1.0 g，定容体积 25 mL 进行计算。

### 2.4 加标回收率试验

取藏成药样品共两份，每份约 1.0 g，精密称定，置于微波消解罐中，加入 As、Cd、Cu、Hg、Pb 的标准溶液，其中 As、Cd、Cu、Hg、Pb 加标终浓度分别为 8 µg/L、0.8 µg/L、80 µg/L、0.4 µg/L、8 µg/L，前处理过程同“1.3 样品的前处理”，计算加标回收率。实验结果见表 2。结果表明，各元素加标回收率符合痕量分析要求。

表2 样品分析及检出限

元素	分析结果 (mg/kg)	RSD(n=3) (%)	方法检出限 (µg/kg)	回收率 (%)
As	0.11	1.52	0.15	93.5
Cd	0.02	1.75	0.04	105.0
Cu	1.33	0.24	4.50	102.3
Hg	ND	--	0.40	102.5
Pb	0.16	0.60	0.04	103.0

ND: 未检出

## 结论

使用岛津公司电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 同时测定了藏成药样品中的 As、Cd、Cu、Hg 和 Pb 等 5 种金属元素。分析结果加标回收率良好。实验结果表明，该方法具有灵敏度高，检出限低 (0.04~4.5 µg/kg)，精密度高 (RSD<1.80%)，分析速度快，操作简单，加标回收率在 93.5~105.0%，该方法可适于藏成药样品的重金属元素测定。