

# ICPMS-2030 系列测定当归、酸枣仁、白芷、黄精等 9 种中药饮片粉末中 As、Cd、Cu、Hg、Pb 元素含量

ICPMS-161

**摘要：**参考最新版 2020 版《中国药典》通则 2321《铅、镉、砷、汞、铜测定法》，利用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定了当归、酸枣仁、白芷、黄精、桃仁、葛根、山茱萸、人参、栀子共计九种药典新增中药饮片粉末中的 As、Cd、Cu、Hg、Pb 元素含量。分析结果显示，该方法检出限为 0.0006 mg/kg~0.4705 mg/kg，远低于标准限量要求，各元素加标回收率为 86.2%~103.5%，重复性 RSD% 良好 <5.0%，该方法可适用于中药中重金属元素含量的分析测定。

**关键词：**ICP-MS 当归 酸枣仁 白芷 黄精 桃仁 葛根 山茱萸 人参 栀子 中药 重金属

中药材质量的好坏，直接影响到患者的安全和用药疗效。重金属是中药的重要污染物之一，其含量超标是制约中药企业向国际市场迈进的一大重要因素，对中药进行重金属质控变得十分必要。中药材在储藏运输、炮制加工、制剂生产中可能受到不同程度的污染。中药材在生长过程中，植物对土壤中富集元素也会有非选择性吸收，从而造成中药中可能含有不同的重金属元素。另外出于经济效益的考虑，中药材种植中广泛使用了含砷的农药，使得砷对环境污染的问题也愈加严重。

中药中可能存在的重金属会作用于人体不同系统或部位。如 Pb 对神经系统、消化系统和骨骼造血功能将产生一定危害；Cd 可抑制肝细胞，是组织代谢发生

障碍；As 对细胞中的巯基强大的亲和力使活性酶失活，进而产生对神经系统的病变；Hg 在血液中浓度达到一定含量时，将对人体视神经系统产生影响，导致听力减退、语言丧失、四肢麻痹甚至痴呆等。

电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 作为多元素分析方法，应用范围广，分析速度快，灵敏度高，线性范围宽，能实现不同含量的多元素同时分析。本文根据最新版 2020 版《中国药典》通则 2321《铅、镉、砷、汞、铜测定法》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 分析新增品类当归、酸枣仁、白芷、黄精、桃仁、葛根、山茱萸、人参、栀子中药材粉末中 As、Cd、Cu、Hg、Pb 元素含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器设备

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪，微波消解仪。

### 1.2 仪器条件

表 1 ICP-MS 分析条件

参 数	参数设定	参 数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气	9.0 L/min
辅助气	1.10 L/min	载气	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流雾化室	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

## ■ 样品前处理

参考药典通则 2321《铅、镉、砷、汞、铜测定法》前处理方式，准确称取 0.50 g 经磨碎的配方颗粒样品于聚四氟乙烯微波消解管中，静置进行预消解，而后加入 5 mL HNO<sub>3</sub>，置于微波消解仪中消解，升温程序见表 2。微波消解结束后转移至 50 mL 瓶中，加入金溶液，定容至 50 mL，同时做空白和加标回收试验。

表 2 微波消解升温程序

步骤	控制温度 (°C)	升温时间 (min)	恒温时间 (min)
1	120	10	3
2	190	5	20

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准曲线和检出限

以 5% HNO<sub>3</sub> 水溶液将多元素混合标准溶液稀释配制标准溶液序列，汞单独配制并加入金溶液，浓度见表 3，元素标准曲线线性见图 1~ 图 5。

表 3 元素标准序列浓度

元素	标准溶液序列 (µg/L)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
As	0.0	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0
Cd	0.0	0.5	2.0	5.0	10.0	-
Cu	0.0	10.0	20.0	50.0	100.0	200.0
Hg	0.0	0.2	0.5	1.0	2.0	5.0
Pb	0.0	1.0	2.0	5.0	10.0	50.0

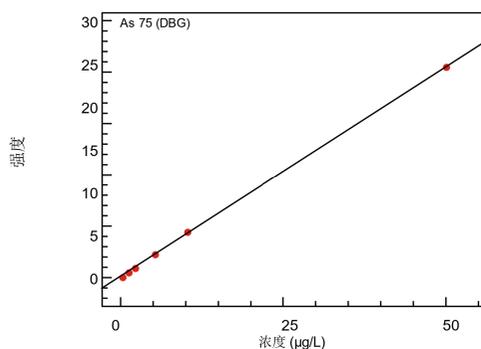


图 1 砷 (As) 标准曲线,  $r=0.9996$

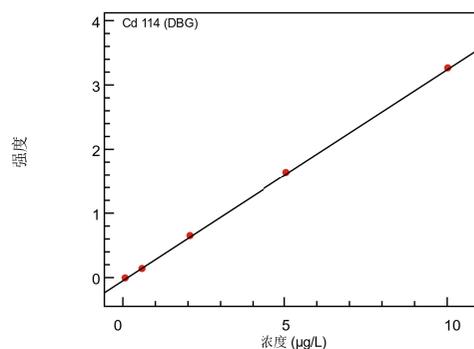


图 2 镉 (Cd) 标准曲线,  $r=0.9996$

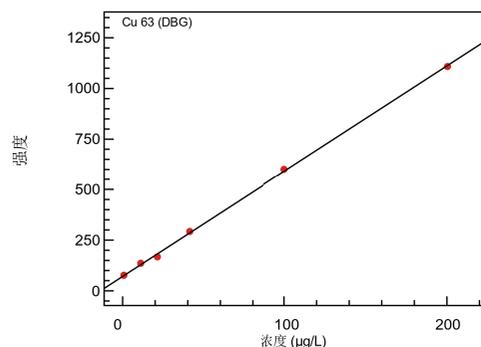


图 3 铜 (Cu) 标准曲线,  $r=0.9995$

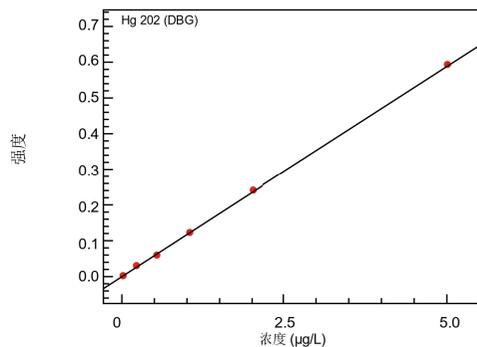


图 4 汞 (Hg) 标准曲线,  $r=0.9999$

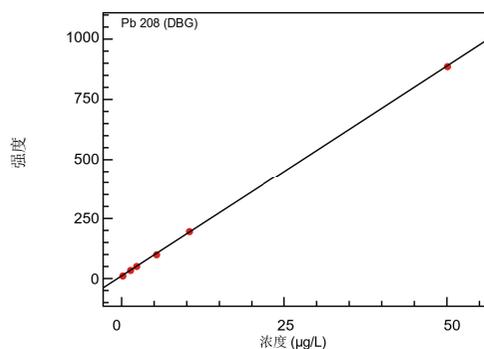


图5 铅 (Pb) 标准曲线,  $r=0.9999$

以方法空白溶液连续测定 11 次, 计算方法检出限, 以称样量 0.5 g 定容到 50 mL 计算, 得到该方法的检出限 (MDL), 各元素检出限为 0.0006 mg/kg~0.4705 mg/kg, 详细结果见表 4。

表4 元素方法检出限

元素	质量数	内标	药典限量要求 (mg/kg)	方法检出限 (mg/kg)
As	75	<sup>72</sup> Ge	2.0	0.0038
Cd	111	<sup>115</sup> In	1.0	0.0007
Cu	63	<sup>72</sup> Ge	20.0	0.4705
Hg	202	<sup>209</sup> Bi	0.2	0.0006
Pb	208	<sup>209</sup> Bi	5.0	0.0025

### 3.2 样品结果

取中药材粉末, 按照样品前处理程序处理后进行测定, 测试结果见表 5, 样品中 As、Cd、Cu、Hg、Pb 浓度均小于中国药典对应元素 2、1.0、20、0.2、5 mg/kg 的限量要求, 各元素加标回收率为 86.2~103.5%。9 种中药材进行交叉连续重复测定, 结果见表 6, 样品中 As 重复性 (RSD) 为 0.98%~4.96%, Cd 为 1.51%~4.99%, Cu 为 0.68%~4.81%, Hg 为 2.62%~4.60%, Pb 为 0.70~4.92%, 重复性良好。

表5 九种中药材测试结果

元素	As		Cd		Cu		Hg		Pb	
	测试值 (µg/L)	结果 (mg/kg)								
桃仁	2.51	0.252	0.74	0.074	19.4	1.949	0.13	0.013	14.08	1.415
白芷	4.44	0.447	1.53	0.154	95.82	9.650	N.D.	N.D.	6.02	0.606
当归	6.04	0.609	0.50	0.050	33.63	3.390	0.03	0.003	4.99	0.503
黄精	4.40	0.440	2.57	0.257	22.34	2.232	0.11	0.011	29.59	2.957
栀子	0.94	0.094	0.69	0.069	58.33	5.841	0.10	0.010	3.97	0.398
山茱萸	2.57	0.257	0.73	0.073	16.78	1.680	0.11	0.011	15.29	1.531
酸枣仁	0.15	0.015	N.D.	N.D.	64.2	6.446	N.D.	N.D.	0.35	0.035
人参	0.22	0.022	1.29	0.130	98.69	9.931	0.02	0.002	3.65	0.367
葛根	0.64	0.063	0.57	0.056	20.82	2.056	N.D.	N.D.	3.51	0.347

注: N.D. 为未检出。

表 6 九种中药材连续测定重复性结果 (n=9)

元素	As		Cd		Cu		Hg		Pb	
	测试值 ( $\mu\text{g/L}$ )	结果 ( $\text{mg/kg}$ )								
桃仁	2.51	3.72	0.74	3.16	19.4	4.81	0.13	2.62	14.08	3.87
白芷	4.44	4.31	1.53	4.99	95.82	3.57	N.D.	--	6.02	4.92
当归	6.04	1.12	0.50	1.36	33.63	0.68	0.03	2.87	4.99	0.70
黄精	4.40	0.98	2.57	3.75	22.34	2.96	0.11	4.60	29.59	0.76
栀子	0.94	4.96	0.69	4.42	58.33	1.11	0.10	4.21	3.97	1.44
山茱萸	2.57	4.82	0.73	2.90	16.78	2.38	0.11	3.24	15.29	1.68
酸枣仁	0.15	4.25	N.D.	--	64.20	1.28	N.D.	--	0.35	2.47
人参	0.22	4.74	1.29	1.51	98.69	1.21	0.02	4.24	3.65	1.42
葛根	0.64	3.85	0.57	1.76	20.82	1.55	N.D.	--	3.51	1.35

注：N.D. 为未检出。

对酸枣仁样品进行了添加回收率测试，回收率 86.2%~103.5%，回收率良好，见表 7。

表 7 回收率结果

元素	样本测试值 ( $\mu\text{g/L}$ )	添加测试值 ( $\mu\text{g/L}$ )	添加量 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
As	0.15	1.14	1.0	99
Cd	N.D.	0.921	1.0	92.1
Cu	64.2	116	50.0	103.6
Hg	N.D.	0.431	0.5	86.2
Pb	0.35	1.36	1.0	101

## ■ 结论

参考最新版 2020 版《中国药典》通则 2321《铅、镉、砷、汞、铜测定法》，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了药典新增品类当归、酸枣仁、白芷、黄精、桃仁、葛根、山茱萸、人参、栀子中药材粉末中 As、Cd、Cu、Hg、Pb 等元素含量。该方法灵敏度高，多元素分析速度快，可用于中药配方颗粒中有毒有害元素含量分析测定。岛津 ICPMS-2030 通过采用微型炬管、Eco 模式和工业氩气，可大幅度减少实验室的运行成本。全中文 LabSolutions ICPMS 智能化软件，操作简单，具备方法开发助手和结果诊断功能，缩短方法建立和数据处理时间。

岛津应用云

