

# Application News

## No. J101A

ICP 发射光谱分析  
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

### 使用 ICPE-9800 系列分析生药中的有害元素

Analysis of Harmful Elements in Herbal Medicines by ICPE-9800 Series

#### ■ 前言

Introduction

生药是来源于天然的，未经加工或只经简单加工的动植物和矿物类药材的总称。通常作为药物（普通药物）、食品、功能性食品和营养辅助食品。各国对作为药物的生药中的有害元素设定了安全标准。表 1 为世界卫生组织（WHO）推荐的安全标准<sup>1)</sup>和中国进出口药材标准<sup>2)</sup>。

本次使用岛津全谱直读型 ICP 发射光谱仪 ICPE-9800 系列进行了生药分析。ICPE-9800 系列可通过微型炬管等离子体与能同时分析全元素全波长的分光器，以高通量低成本进行高灵敏度高精度分析。

表 1 生药中有害元素的安全标准 (mg/kg)  
Harmful Element Regulation of Herbal Medicines

元素名称	As	Cd	Cu	Hg	Pb
WHO 推荐标准		0.3			10
中华人民共和国进出口药材标准	2	0.3	20	0.2	5

#### ■ 样品

Sample

在日本国内流通的生药。

#### ■ 样品的预处理

Sample Preparation

因为砷（As）和汞（Hg）等低沸点元素有时会因加酸、加热而挥发损失。所以需要采用元素损失少，并且能高效处理的预处理方法。本次分析使用微波消解样品前处理装置进行样品处理。

向 0.5 g 干燥样品中加入 7.5 mL 浓硝酸和 0.5 mL 浓盐酸，用微波消解样品前处理装置进行分解。分解处理后，用超纯水定容到 25 mL 作为测定溶液。另外在样品分解处理前添加测定元素，进行相同的预处理操作，制备加标回收试验溶液。

#### ■ 仪器与测定条件

Instrument and Analytical Condition

使用岛津全谱直读型 ICP 发射光谱仪 ICPE-9800 系列进行测定。表 2 为测定条件。ICPE-9800 系列采用中阶梯光栅分光器和 CCD 检测器，可同时分析全元素和全波长。即使目标元素或样品较多，也能以高通量进行测定。还采用微型炬管等离子体、Eco 模式和真空分光器，与 ICP 旧机型相比，大幅度减少了气体的运行成本。

生药根据其类型，有时含有钙（Ca）、钾（K）和镁（Mg）等大量共存元素。通常，如果含有大量共存元素，电离干扰可能造成分析误差，但 ICPE-9800 系列的微型炬管等离子体为高温等离子体，在实现高灵敏度分析的同时，还将有效抑制电离干扰。

表 2 测定条件  
Analytical Conditions

仪器	: ICPE-9800 系列
高频输出	: 1.2 kW
等离子体气流量	: 10 L/min
辅助气流量	: 0.6 L/min
载气流量	: 0.7 L/min
进样	: 雾化器 10
雾化室	: 旋流雾化室
等离子体炬管	: 微型炬管
观测方向	: 轴向 (AX)
测定时间	: 2 分 30 秒 / 样品 (含冲洗时间)

#### ■ 分析

Analysis

根据标准曲线法对 As、Cd、Cr、Cu、Hg、Pb、Sn 进行定量分析。

[参考资料]

- 1) 植物药污染物质及残留物相关的 WHO 品质评估指导原则 (WHO Guidelines for Assessing Quality of Herbal Medicines with Reference to Contaminants and Residues)，日本 OTC 药物协会，2009 年 3 月发行
- 2) Green Trade Standards of Importing & Exporting Medicinal Plants & Preparations (中华人民共和国对外贸易经济合作部，2001 年 4 月发行，2001 年 7 月 1 日施行)

## ■ 分析结果

Analytical Results

表3为定性分析得到的主成分半定量结果。半定量结果将根据软件内置的数据库自动计算。ICPE-9800系列可以同时进行全元素的定性与定量分析，并保存结果。使用该功能可在定量分析后掌握主成分的元素和浓度，从而评估对分析元素造成的影响。

表4为分析结果。表5为加标回收试验结果。图1为光谱谱图。由图可知，检测限小于WHO推荐标准和中国药材进出口标准，说明灵敏度高，并且得到了良好的回收率。由此可知，本次分析

并不受Ca、K等高浓度共存元素的影响，得到了精确的分析结果。

## ■ 总结

Conclusion

综上所述，使用ICPE-9800系列可以低成本高灵敏度地准确测定生药中的有害元素。

表3 定性分析得到的生药中主成分的半定量结果 (wt%)  
Semi-Quantitative Results for Herbal Medicines by Qualitative Analysis

	Ca	K	Mg	S	Al	P	Si	Fe	Mn	Ba	Sr	Na
淫羊藿	3.7	1.1	0.35	0.45	0.18	0.31	0.16	0.12	0.060	0.021	0.021	0.008
防风	1.6	0.65	0.38	0.35	0.25	0.25	0.11	0.09	0.006	0.013	0.025	0.070

表4 生药的分析结果 (μg/g)  
Analytical Results for Herbal Medicines

样品名称	元素名称	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Pb	Sn
1 小豆蔻		<	0.06	<	5.4	<	0.3	<
2 桂皮		<	<	0.4	6.6	<	0.6	<
3 淫羊藿		0.4	0.13	2.8	4.5	<	1.5	<
4 人参		<	0.03	0.04	5.0	<	<	<
5 地黄		<	<	0.4	3.8	<	<	<
6 芍药		<	<	0.3	4.2	<	<	<
7 防风		<	<	0.5	6.6	<	<	<
8 郁金		<	0.04	0.1	2.1	<	<	<
检测限		0.2	0.007	0.02	0.04	0.07	0.1	0.04
WHO 推荐标准			0.3				10	
中华人民共和国 药材进出口标准		2	0.3		20	0.2	5	

检测限：反复测定10次标准曲线空白值得到的标准偏差的3倍浓度×稀释倍数（50）  
<：小于检测限

表5 生药中微量元素的加标回收试验结果（加标回收率：%）  
Recovery Rate in Spike/Recovery Test

3 淫羊藿	99	98	99	101	101	96	98
7 防风	100	97	99	102	102	98	100

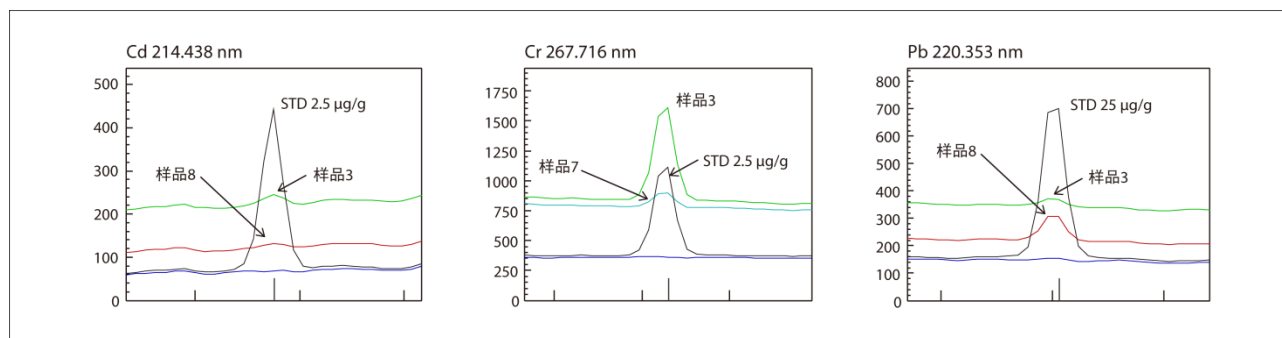


图1 生药样品中Cd、Cr、Pb的光谱谱图  
Spectral Profiles of Cd, Cr, and Pb in Herbal Substances  
\* 图中浓度为样品（固体）中浓度



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2015年5月