

使用岛津 ICPMS-2030 分析大麻花中的
重金属污染物

■ 引言

最近美国等国家通过立法开放了各州和市政的药用和娱乐用大麻及相关产品的种植和销售。随着大麻逐渐商品化，需要对其效力以及所含的农药、生物污染物、重金属等元素进行分析和管制。

由于这些金属的毒性会导致潜在的危害，因此需要特别关注植物中重金属浓度的摄入量。植物在生长过程中会从土壤和水中吸收金属元素，这些金属会累积在植物的组织中。由于土壤或水源含有矿物质，所以土壤和水中会有天然金属元素；同时为了提高农作物产量，人工施加的肥料、农药、除草剂和杀真菌剂也会渗入到土壤和水中。

对于植物中所含的金属，部分具有有益的代谢用途，例如豆类和绿叶蔬菜中的铁；而铅等金属却十分有害，具有毒性和致癌性。本文将探讨和讨论按照地方和国家法律规定，使用岛津 ICPMS-2030 检测消解的大麻花样品所含“四大”重金属（即As、Cd、Hg 和Pb）含量的适用性。

■ 接触限值

大麻花中重金属的允许日接触剂量（PDE）的定义十分粗略；许多州采用美国草药典 2004 年拟定的“大麻花序”中的规定。这些限值见表1。

元素	µg/5g 每日剂量	µg/g (ppm)
无机砷	10.0	2
镉	4.1	0.82
铅	6.0	1.2
甲基汞	2.0	0.4

表1：每日摄入5克的大麻中重金属杂质的允许日接触剂量和原料中的当量浓度，单位为µg/g (ppm)。

不论是 ICP-OES 还是 ICP-MS 分析方法，它们都无法提供有关元素形态的信息。也就是说，它们可以报告元素的总浓度，但不会关注初始氧化态和该元素的络合（例如仪器对甲基汞和流动汞离子产生响应无任何差异）。由于 ICP-OES 或 ICP-MS 均无法提供物种形态信息，因此分析员假设，在可接受的限度内，该元素的总浓度必须低于元素毒性最强形态的PDE。

但值得注意的是，可以通过联用岛津惰性 HPLC 系统和 ICPMS-2030 来定量形态浓度。分析员可以使用 HPLC，基于金属氧化态或相关络合物分离金属，对其进行洗脱，并使用 ICPMS-2030进行浓度分析。岛津能够提供此类分析所需的硬件和软件。



岛津 ICPMS-2030

■ 实验器皿及试剂

使用岛津 ICPMS-2030 和 岛津 AS-10 自动进样器进行各项分析。使用“岛津内标添加套件”在线向标准溶液和未知样品添加内标。基于用于样品和内标进样的蠕动软管内径，内标溶液的近似稀释度为90%。在样品制备和稀释过程中使用高纯度试剂，以确保最小的污染。所有稀释和酸化均使用超纯水 (≥ 18.1 M Ω -cm; Millipore) 和痕量金属级硝酸。为简洁起见，本文中简称为“水 (或H₂O)”和“硝酸 (或HNO₃)”。所有实验室用具均在20%的硝酸溶液中清洗，用水冲洗三次后风干。在清洁的一次性容器中制备所有标准溶液和未知样品，以最大程度地减少分析未运行时的交叉污染。

■ 样品制备

由于进入 ICPMS-2030 的样品为液体，所以需要密闭的微波消解程序来溶解大麻花样品，从而使其中的金属元素进入溶液。为了确保分析物的回收率和微波消解程序的有效，我们制备了四个样品：

1. *空白样品* - 仅由用于消解和稀释的试剂组成。
2. *加标空白样品* - 与空白样品相同，但加入了5 ppb As、Cd、Hg 和 Pb。
3. *基质* - 用于消解和稀释的试剂，以及~0.5 g的大麻花
4. *加标基质* - 与基质样品相同，但加入了5 ppb As、Cd、Hg 和 Pb。

在含有10mL 20%HNO₃ 的消解容器中制备上述样品。基质样品也含有~0.5g的大麻花。加标样品中加入5 ppb As、Cd、Hg 和 Pb。牢固密封消解容器并将其置于微波炉内的转子中。

消解程序会用40分钟左右的时间逐步增加微波功率 (以及样品温度和容器压力)，然后将样品冷却至室温。

将10mL消解物质从消解容器倒入干净的离心管中。用水冲洗消解容器，确保完全回收物料，并将冲洗水加入到离心管中的样品中。用水稀释样品，使10mL样品达到25mL的最终体积。在使用 ICPMS-2030 进行分析之前无需进一步稀释样品。

■ 分析方法

使用岛津ICPMS-2030 分析样品溶液。表2和表3提供了仪器和分析物元素、质量和校准浓度的操作条件。在定量分析之前，常规调谐程序会自动优化炬管位置、聚焦透镜电压等各种参数。

使用内标添加套件和仪器自带的蠕动泵自动添加内标 Y 和 Tl。内标以恒定的速率和浓度添加到所有标准溶液和未知样品中。内标的最终浓度为10 ppb。

生成标准曲线后立即进行分析，以确保最准确的定量。表3显示了仪器的校准方案，图1显示了代表性曲线。

为了证明仪器达到了法规限值设定的 ppm 动态范围水平，生成了第二组标准曲线 (图2A-D)。与本应用报告所述的定量标准曲线相比，它呈现了更高浓度下的线性。

炬管	岛津 Mini 炬管
雾化器	同轴
喷雾室	冷却气旋
喷雾室温度	5° C
射频功率	1.20 kW
取样深度	5 mm
等离子气体流量	8.0 L/min
辅助气体流量	1.1 L/min
载气流量	0.70 L/min
总 Ar 流量	9.8 L/min
碰撞池 He 流量	6 mL/min
扫描次数	10
扫描时间	0.2秒
总积分时间	2秒

表2: 岛津 ICPMS-2030 的操作条件。

元素/质量	内标	Cal 1	Cal 2	Cal 3	Cal 4
⁷⁵ As	⁸⁹ Y	0	1	5	10
¹¹¹ Cd	⁸⁹ Y	0	1	5	10
¹¹² Cd	⁸⁹ Y	0	1	5	10
¹¹⁴ Cd	⁸⁹ Y	0	1	5	10
²⁰⁰ Hg	²⁰⁵ Tl	0	1	5	10
²⁰² Hg	²⁰⁵ Tl	0	1	5	10
²⁰⁶ Pb	²⁰⁵ Tl	0	1	5	10
²⁰⁷ Pb	²⁰⁵ Tl	0	1	5	10
²⁰⁸ Pb	²⁰⁵ Tl	0	1	5	10

表3: 分析元素和质量, 内标和标准溶液浓度。

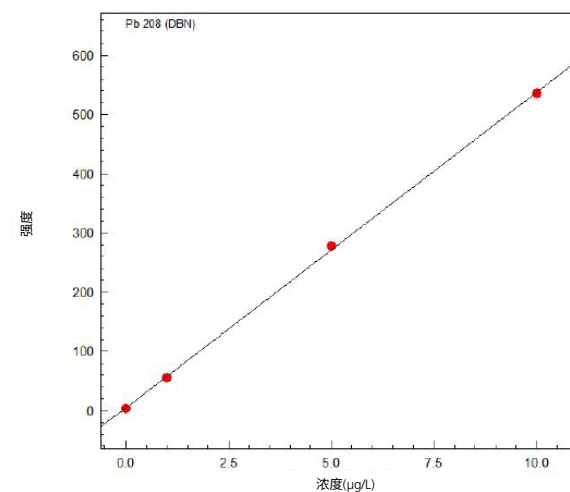
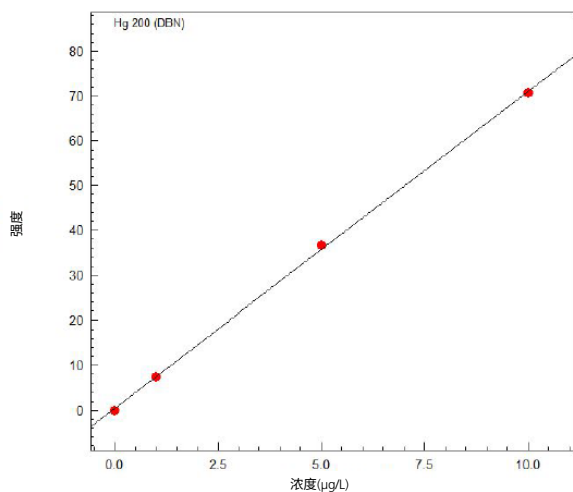
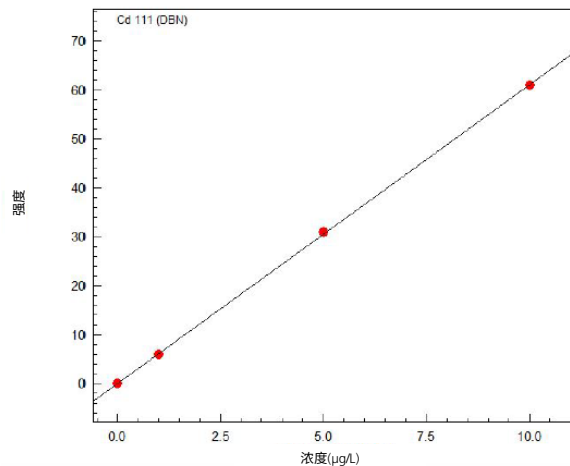
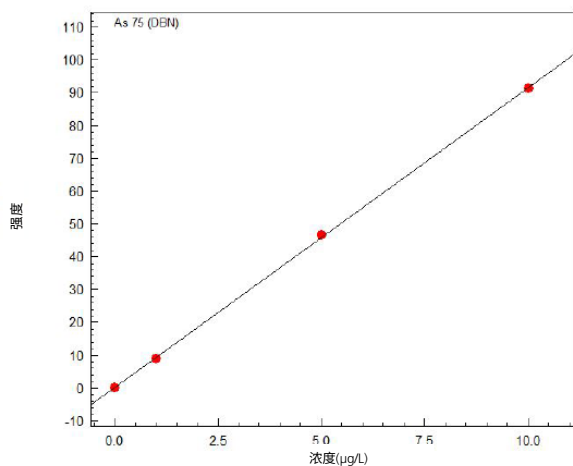


图 1A-D: As、Cd、Hg 和 Pb 在 0、1、5 和 10 ppb 处的标准曲线。

结果

表4和5显示了样品分析的结果。

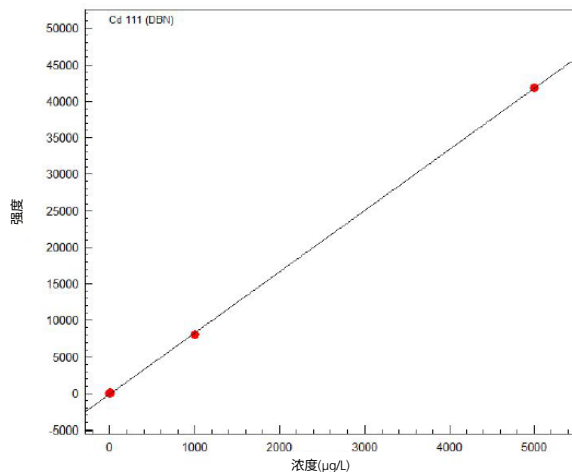
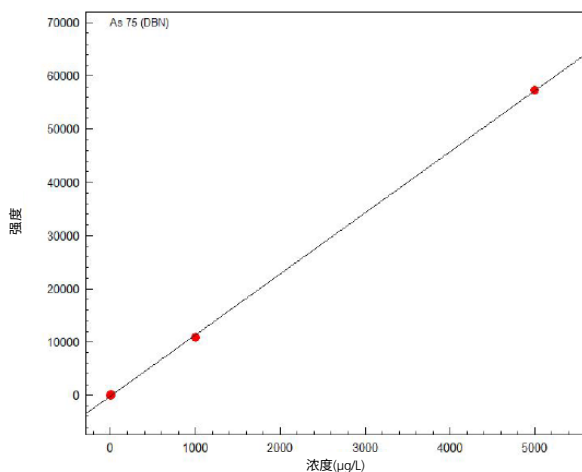
	⁷⁵ As	¹¹¹ Cd	¹¹² Cd	¹¹⁴ Cd	²⁰⁰ Hg	²⁰² Hg	²⁰⁶ Pb	²⁰⁷ Pb	²⁰⁸ Pb
空白样品	0.0091	0.0053	0.0075	0.0063	0.62	0.59	0.102	0.099	0.101
加标空白样品	1.91	1.968	1.92	1.976	2.53	2.62	2.14	2.16	2.17
回收率	95.0%	98.1%	95.6%	98.5%	95.5%	101.5%	101.9%	103.1%	103.5%

	⁷⁵ As	¹¹¹ Cd	¹¹² Cd	¹¹⁴ Cd	²⁰⁰ Hg	²⁰² Hg	²⁰⁶ Pb	²⁰⁷ Pb	²⁰⁸ Pb
基质	0.0016	0.43	0.39	0.41	0.46	0.84	0.262	0.258	0.248
加标基质样品	1.97	2.51	2.44	2.39	2.493	2.791	2.2	2.18	2.17
回收率	98.4%	104.0%	102.5%	99.0%	101.7%	97.6%	96.9%	96.1%	96.1%

表 4: ICPMS-2030 分析的空白、加标空白、基质和加标基质样品的结果；单位：ppb，回收率：%。请注意，由于在制备期间将样品从最初的 5 ppb 浓度稀释了 2.5 倍，所以预期回收量为 2 ppb。

	⁷⁵ As	¹¹¹ Cd	¹¹² Cd	¹¹⁴ Cd	²⁰⁰ Hg	²⁰² Hg	²⁰⁶ Pb	²⁰⁷ Pb	²⁰⁸ Pb
基质	0.1	21.5	19.5	20.5	23.0	42.0	13.1	12.9	12.4
加标基质样品	98.5	125.5	122.0	119.5	124.7	139.6	110.0	109.0	108.5
回收率	2000	820	820	820	400	400	1200	1200	1200

表 5: 原料浓度、稀释度反向计算和大麻花~0.5 g 初始质量结果；单位：ppb。表 1 底行显示了各种元素的浓度限值。请注意，结果显示的灵敏度和充足的回收率远低于浓度限值。



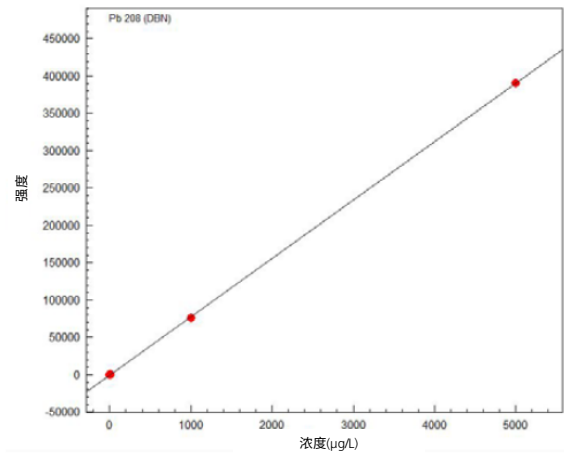
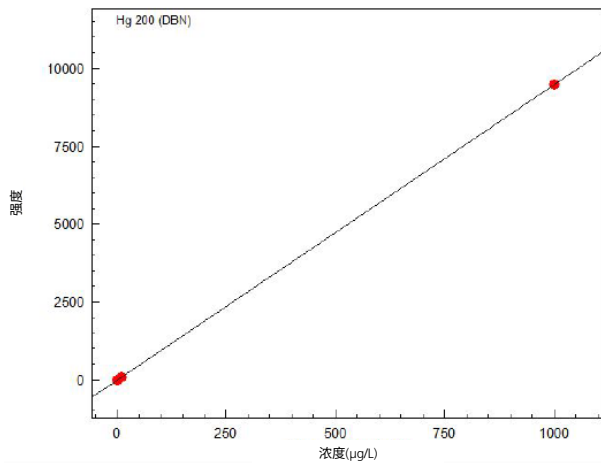


图2A-D: 达到5 ppm (As, Cd, Pb) 和1 ppm (Hg) 的标准曲线; 其证明 ICPMS-2030 的动态范围达到并涵盖法规限值设定的浓度。

■ 讨论

表4的结果表明, ICPMS-2030 能够处理酸消解的大麻基质; 还能在低浓度范围内 (ppm), 使分析物的回收率在普遍接受的 $\pm 10\%$ 范围内。

在反向计算加标样品中大麻花的假设浓度时 (表5), ICPMS-2030 的检出限远低于目前接受的大麻中重金属浓度限值。这样可使未来适用性作为可接受的浓度限值, 并且一旦它们改变, 很可能会随着时间的推移变得更加严格。

此外, 尽管该应用的运行浓度远低于法定限值, 但图2A-D表明 ICPMS-2030 能够在更大的动态范围内在标准曲线中生成线性, 并在这种情况下, 达到 ppm 水平。

岛津拒绝并抵制将其产品或服务用于种植或交易大麻产品等非法用途。
岛津产品仅限用于研究用途或国家批准的医学研究。

本文由美国岛津科学仪器有限公司提供。

■ 结论

岛津 ICPMS-2030 拥有优异的灵敏度和准确度, 能够满足并超越现行法规关于大麻产物所含重金属的规定。ICPMS-2030 具有业内最低的运营成本, 是重金属测试仪器的经济之选。

如引言中所述, 该应用仅关注大麻花材料中的重金属, 而忽略了植物从土壤和水分中吸收的重金属。Shimadzu ICPMS-2030 也可用于评估基质中的重金属, 尤其能够通过 EPA method 200.8 方法评估地下水。

岛津 ICPMS-2030 以及 GC、GC/MS、HPLC 和 LC/MS 等分析仪将使您的大麻实验室在符合州法规的环境下高效运行。



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: 2019年4月