

# ICP-MS 法测定灵芝孢子粉中多种重金属元素含量

## ICPMS-117

**摘要：**参考 2015 版《中国药典》通则 2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法及 2015 版《浙江省中药炮制规范》，使用岛津 ICPMS-2030 测定了灵芝孢子粉中铅、镉、砷、汞、铜、铬和镍元素含量。试验结果表明，此测定方法检出限低，各元素方法检出限在 0.0006~0.03 mg/kg 之间，重复性好，RSD (n=3) <3%，准确度高，限值浓度加标回收率在 88%~103% 之间。此方法适用于测定灵芝孢子粉中重金属含量。

**关键词：**ICP-MS 灵芝孢子粉 重金属

灵芝孢子是灵芝在生长成熟期，从灵芝菌褶中弹射出来的极其微小的卵形生殖细胞即灵芝的种子。灵芝孢子中含有灵芝多糖、灵芝三萜等多种活性物质，具有增强免疫系统的机能；降低血压，预防心血管疫病的产生；加速血液微循环，提高血液供氧能力，降低机体静止状态下的无效耗氧量、抗肿瘤等作用。

随着灵芝孢子粉需求的增加，控制其安全性愈发重要。《浙江省中药炮制规范》中规定了灵芝孢子粉中各元素限值，其中铅 2 mg/kg、镉 0.5 mg/kg、砷 1

mg/kg、汞 0.1 mg/kg、铜 20 mg/kg、铬 2 mg/kg、镍 1 mg/kg。其中元素分析第二法为电感耦合等离子体质谱法。

ICP-MS 作为高灵敏度、多元素快速分析的无机质谱技术，是痕量、超痕量元素分析的主要手段，可以轻松应对中药中重金属元素含量分析的需求。本文使用 ICP-MS 分析了灵芝孢子粉中铅、镉、砷、汞、铜、铬、镍元素含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

微波消解仪，岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪。

### 1.2 仪器分析条件

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

雾室温度：5 °C

高频频率：27.12 MHz

碰撞气体：He

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

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

准确称取 0.25 g 样品于微波消解罐中，加入 0.5 mL HCl、5 mL HNO<sub>3</sub> 后微波消解，消解结束冷却后用少量水冲洗内盖，转移并纯水定容至 50 mL 容量瓶。同法进行空白及样品加标处理。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准曲线和检出限

用稀释液（含 1% 盐酸、10% HNO<sub>3</sub>）将各元素标液稀释为标准要求的系列浓度，见表 1；标准曲线如图 1—图 7 所示。连续测定 11 次空白计算检出限及方法检出限，结果见表 2。

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 (μg/L)					
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Pb	206	0	1	5	10	20	--
Cd	111	0	0.5	2.5	5	10	--
As	75	0	1	5	10	20	--
Hg	200	0	0.2	0.5	1	2	5
Cu	65	0	50	100	200	500	--
Cr	52	0	2	4	5	8	10
Ni	60	0	1	2	3	4	5

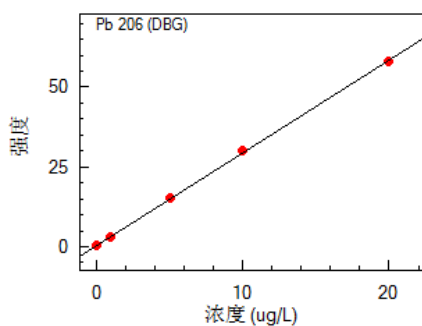


图 1 铅标准曲线  $r=0.99988$

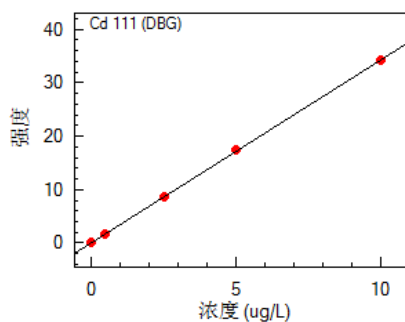


图 2 镉标准曲线  $r=0.99999$

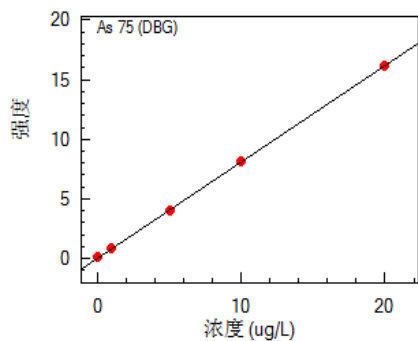


图 3 砷标准曲线  $r=0.99999$

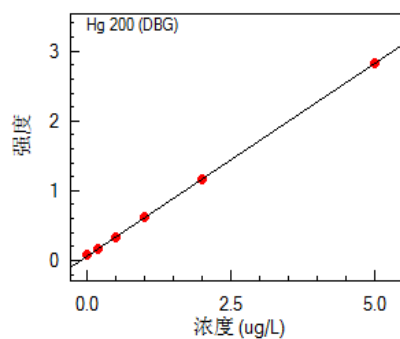


图 4 汞标准曲线  $r=0.99998$

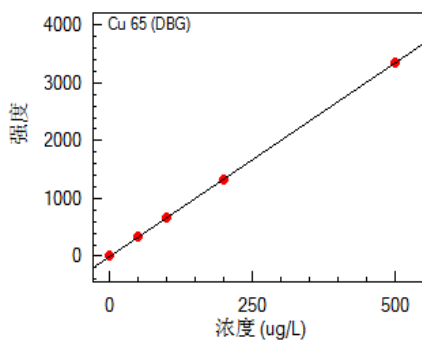


图 5 铜标准曲线  $r=1.00000$

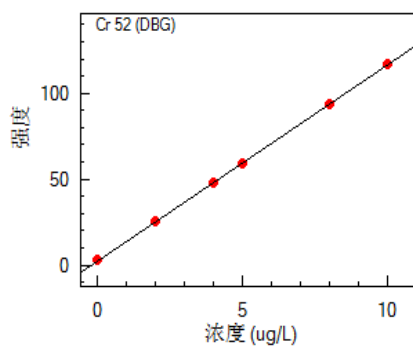


图 6 铬标准曲线  $r=0.99998$

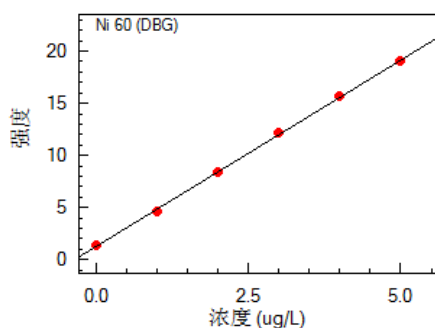


图 7 镍标准曲线  $r=0.99969$

表 2 元素检出限

元素	质量数 (amu)	内标	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	方法检出限 (mg/kg)
Pb	206	$^{209}\text{Bi}$	0.015	0.003
Cd	111	$^{74}\text{Ge}$	0.003	0.0006
As	75	$^{74}\text{Ge}$	0.07	0.014
Hg	200	$^{209}\text{Bi}$	0.03	0.006
Cu	65	$^{74}\text{Ge}$	0.15	0.03
Cr	52	$^{45}\text{Sc}$	0.02	0.004
Ni	60	$^{74}\text{Ge}$	0.05	0.01

线性及检出限结果表明，测定线性均高于 0.99969，方法检出限在 0.0006~0.03 mg/kg 之间，完全可以满足药典重金属分析需求。

### 3.2 样品结果

使用岛津 ICPMS-2030 直接测定微波消解后的灵芝孢子粉中重金属元素的含量，并按照限值浓度加标，并测定样品的加标回收率，实验结果见表 3。

表 3 灵芝孢子粉分析结果

元素	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD(%) (n=3)	加标回收率 (%)
Pb	0.11	0.022	10	10.2	1.69	101
Cd	1.67	0.334	2.5	4.26	1.91	103
As	0.66	0.132	5	5.79	2.53	102
Hg	0.21	0.043	0.5	0.655	2.15	88
Cu	68.3	13.66	100	163	1.11	95
Cr	0.67	0.134	10	10.3	1.42	96
Ni	0.76	0.151	5	5.39	0.66	93

测定结果表明，灵芝孢子粉样品中含待测元素，其中 Cd、Hg 等元素含量接近限值。各元素回收率在 88%-103% 之间，满足 2020 版《中国药典》通则 9101 规定的 80~115% (10mg/kg) 和 75~120% (1mg/kg) 的要求。

## ■ 结论

使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了灵芝孢子粉中的铅、镉、砷、汞、铜、铬、镍元素含量，加标回收率在 88% ~ 103% 之间，相对标准偏差  $RSD < 3.0\%$ 。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，可信度高等特点，可以完全满足《浙江省中药炮制规范》规定的灵芝孢子粉中多种金属元素准确分析的要求。