ICPMS-2050LF 测定艾叶和黄连中铅、镉、砷、汞、铜含量

ICPMS-235

摘要： 参考《中国药典》<2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法 > 公示稿，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2050LF 测定了艾叶和黄连中铅、镉、砷、汞、铜含量。实验结果表明，各元素标准曲线线性良好（r > 0.9999），样品 RSD < 5.0%，加标回收率在 88.0%~110% 之间。该方法灵敏度高、分析速度快，适用于中药中铅、镉、砷、汞、铜五种元素的同时分析。

关键词： ICP-MS　中药　重金属

技术特点：

❖ 使用 Mini 炬管，低氩气消耗条件下获得准确、稳定的定量分析结果；

❖ 汞元素标准溶液与其他四种元素同时配制，简化实验操作。

中药主要来源于天然药及其加工品，包括植物药、动物药、矿物药及部分化学、生物制品类药物。由于中药以植物药居多，故有“诸药以草为本”的说法。重金属污染会对中药的质量品质、安全性和有效性产生严重影响。因此，《中国药典》对中药中的重金属检测标准和限值要求进行了严格的规范。

关于 2025 年版《中国药典》中药重金属及有害元素相关标准公示稿，分别是“关于 2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法标准草案的公示”、“关于黄连国家药品标准草案的公示”、“关于艾叶国家药品标准草案的公示”、“关于川芎国家药品标准草案的公示”、“关于 0212 药材和饮片检定通则标准草案的公示（第二次）”。在新版药典中拟新增艾叶、黄连、川芎的重金属与有害元素检查项，要求按照通则 2321 开展铅、镉、砷、汞、铜的测定，且铅不得过 5 mg/kg；镉不得过 1 mg/kg；砷不得过 2 mg/kg；汞不得过 0.2 mg/kg；铜不得过 20 mg/kg。

本文参考 2025 年版《中国药典》通则 2321 公示稿，使用岛津 ICPMS-2050LF 对艾叶和黄连中的铅、镉、砷、汞、铜进行了测定。

■ 实验部分

1.1 仪器配置

微波消解仪、岛津 ICPMS-2050LF 电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1。

表 1　仪器分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	9.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同心雾化器
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz
雾化室温度	5℃	采样深度	5.0 mm
碰撞气体	He	碰撞气流速	6.0 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器	7.0 V

1.3 样品前处理

称取样品粗粉 0.5 g，精确至 0.1 mg，置于微波消解管中，加入 5 mL 硝酸，待反应停止后，将微波消解管放入微波消解仪中，进行消解。消解结束后，待消解液冷却，转移至 50 mL 容量瓶中，少量纯水 3 次淋洗消解罐，淋洗液合并于容量瓶中，加入金单元素标准溶液（1 μg/mL）200 μL 以提高汞的稳定性，用纯水定容至刻度，混匀待测。同时制备试剂空白溶液。

内标元素为 ^{72}Ge、^{115}In 和 ^{209}Bi，浓度为 1 μg/mL，采用内标组件在线添加。

结果与讨论

2.1 标准曲线和检出限

使用 5% 硝酸溶液配制标准溶液，标准溶液浓度见表 2，标准曲线见图 1。

表 2　标准曲线浓度

元素	浓度（μg/L）				
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
As	2	4	8	20	40
Cd	1	2	4	10	20
Cu	20	40	80	200	400
Hg	0.2	0.4	0.8	2	4
Pb	5	10	20	50	100

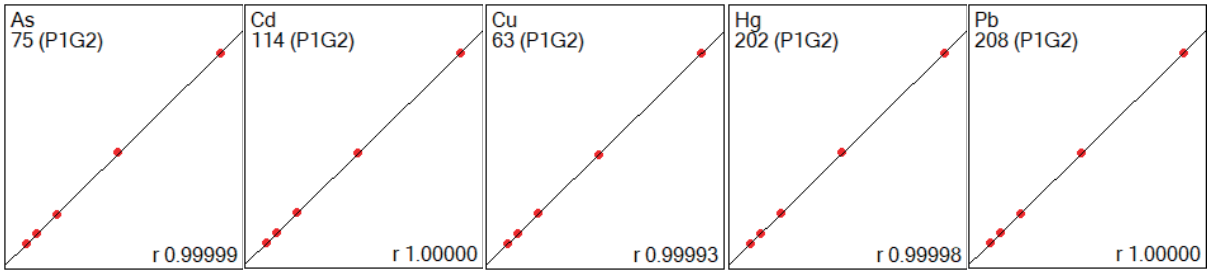


图 1　标准曲线图

按照样品称样量 0.5 g，定容体积 50 mL，使用样品空白溶液测定 11 次，分别以样品空白浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差（SD）计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 3。

表 3　方法检出限及定量限

元素	质量数	内标元素	方法检出限（mg/kg）	方法定量限（mg/kg）
As	75	^{72}Ge	0.0016	0.0052
Cd	114	^{115}In	0.0003	0.0008
Cu	63	^{72}Ge	0.0047	0.0157
Hg	202	^{209}Bi	0.0010	0.0034
Pb	208	^{209}Bi	0.0066	0.0218

2.2 样品分析结果及加标回收率

使用 ICPMS-2050LF 测定艾叶和黄连样品中重金属元素的含量，并进行加标回收实验。实验结果见表 4 和表 5。

表 4　艾叶测试结果

元素	称样量 (g)	测定浓度 (μg/L)	RSD （%，n=3）	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 (μg/L)	测定浓度 (μg/L)	加标回收率 （%）
As	0.4997	2.28	3.13	0.23	4.00	6.48	105
Cd		3.92	0.98	0.39	5.00	8.56	92.8
Cu		133	0.18	13.3	100	221	88.0
Hg		0.199	3.10	0.02	0.30	0.481	94.0
Pb		18.3	0.75	1.83	10.0	28.4	101

表 5　黄连测试结果

元素	称样量 (g)	测定浓度 (μg/L)	RSD （%，n=3）	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 (μg/L)	测定浓度 (μg/L)	加标回收率 （%）
As	0.5000	3.02	1.93	0.30	4.00	7.00	99.5
Cd		4.63	1.39	0.46	5.00	9.60	99.4
Cu		187	0.36	18.7	100	278	91.0
Hg		0.187	4.57	0.02	0.30	0.515	109
Pb		26.3	0.96	2.63	10.0	36.1	98.0

结论

本文参考 2025 年版《中国药典》<2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法 > 公示稿，艾叶和黄连样品经硝酸微波消解后，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2050LF 测定铅、镉、砷、汞、铜五种元素含量。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好、检出限低、稳定性好、分析速度快，适用于艾叶和黄连中铅、镉、砷、汞、铜五种元素的同时分析。

岛津企业管理（中国）有限公司 –分析中心
Shimadzu (China) Co., LTD. – Analytical Applications Center

Email: dr_jin@shimadzu.com.cn　Tel: 86(21)34193983　http://www.shimadzu.com.cn