

# ICPMS-2030 测定中药配方颗粒中的重金属元素

## ICPMS-043

**摘要：**参考《中国药典》2015版，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定板蓝根中药配方颗粒中的 As、Cd、Cr、Cu、Hg 和 Pb 等 10 种重金属元素的含量。实验结果表明，各元素线性关系良好的，相关系数均大于 0.9998，样品测定 RSD 小于 2.5%，样品回收率为 93~106%，该方法各元素检出限为 0.007~0.09  $\mu\text{g/L}$ 。该方法操作简单快速，精密度好，准确度高，适用于中药配方颗粒中的重金属元素检测。

**关键词：**中药 饮片 配方颗粒 重金属 电感耦合等离子体质谱

中药配方颗粒是指在传统中药饮片的基础上，通过现代化技术提取、浓缩和干燥之后得到的颗粒状剂型，其无需煎煮、服用方便，是适应现代快节奏生活的一种新型中药饮片。然而，中药材重金属含量超标已成为国内外用药安全的焦点问题，也制约了中药走向现代化和国际化。重金属对人体新陈代谢及正常生理活动均具有明显的伤害作用，如果过量的话，还会导致各种疾病

的发生，尤其是患病者，因其排毒功能较差，造成的危害比常人更大，这样不但不能治病，反而将加重和延误疾病治疗。因此，本实验采用微波消解-ICP-MS 法，对板蓝根配方颗粒中镉 (Cd)、铜 (Cu)、砷 (As)、铅 (Pb) 和汞 (Hg) 等 10 种重金属元素的含量进行测定，为中药配方颗粒质量标准的制定和临床合理用药提供一定科学依据。

### 实验部分

#### 1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

#### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验用硝酸为优级纯硝酸；实验用水为超纯去离子水。

#### 1.3 样品处理

称取 0.2 g (精确至 0.0001 g) 中药配方颗粒板蓝根于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 5 mL  $\text{HNO}_3$ ，盖上消解罐盖，放入微波消解仪消解。消解结束后冷却至室温，打开密闭消解罐，将消解液转移至 50 mL 容量瓶中，用超纯水定容至刻度线，摇匀，待测。同法制取空白。

#### 1.4 仪器参数

等离子体参数：

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

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

雾室温度：5°C

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

碰撞气流速：6.0 mL/min

能量过滤器电压：7.0 V

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

使用 1% 硝酸配制 As、Cd、Cr、Cu、Hg、Mn、Mo、Ni、Pb 和 V 的混合标准溶液，标准溶液浓度见表 1。使用在线内标组件，内标元素为 Sc、Ge、Rh 和 Bi，浓度分别为 100 μg/L、100 μg/L、20 μg/L 和 20 μg/L。

表1 标准溶液浓度及分析元素质量数

分析元素	标准曲线浓度(μg/L)				
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
<sup>75</sup> As	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
<sup>114</sup> Cd	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00
<sup>52</sup> Cr	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00
<sup>63</sup> Cu	0.00	0.80	2.00	4.00	8.00
<sup>202</sup> Hg	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00
<sup>55</sup> Mn	0.00	8.00	20.0	40.0	80.0
<sup>98</sup> Mo	0.00	0.80	2.00	4.00	8.00
<sup>58</sup> Ni	0.00	0.80	2.00	4.00	8.00
<sup>208</sup> Pb	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00
<sup>51</sup> V	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00

注：使用氦气碰撞模式

2.2 部分元素标准曲线如下：

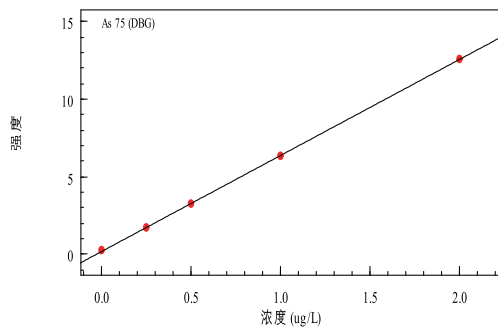


图1 As元素的标准曲线  $r=0.99995$

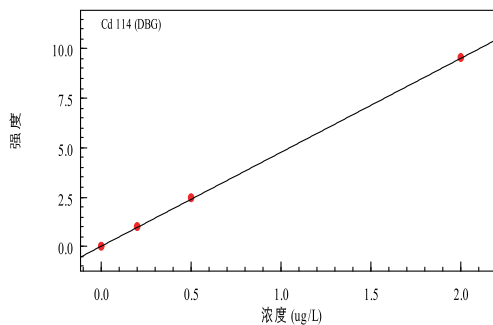


图2 Cd元素的标准曲线  $r=0.99998$

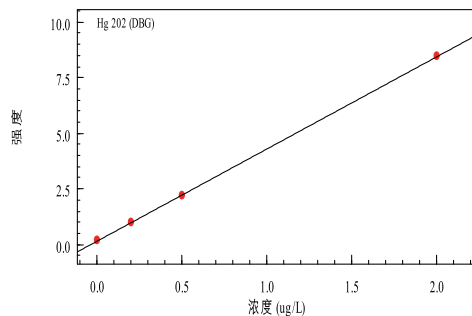


图3 Hg元素的标准曲线  $r=0.99996$

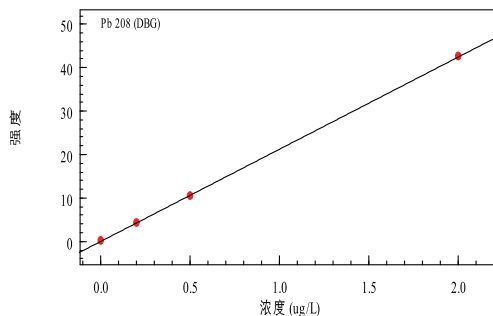


图4 Pb元素的标准曲线  $r=0.99998$

### 2.3 元素质量轮廓图

下图为元素的质谱峰轮廓图。

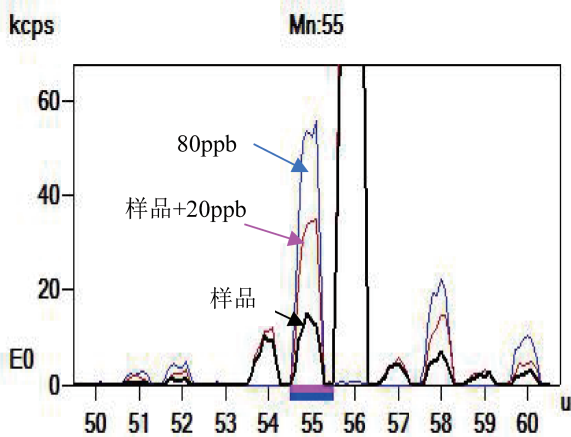


图5 Mn元素质量轮廓

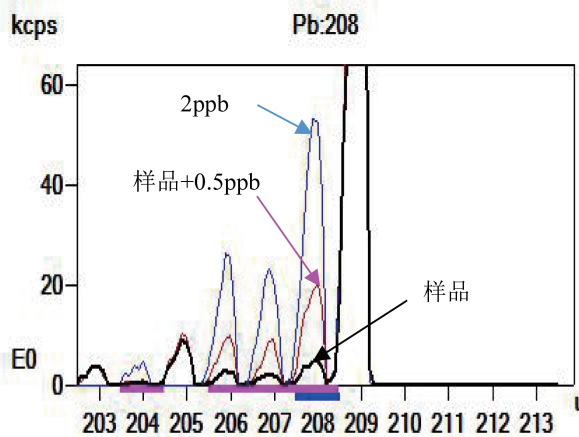


图6 Pb元素质量轮廓

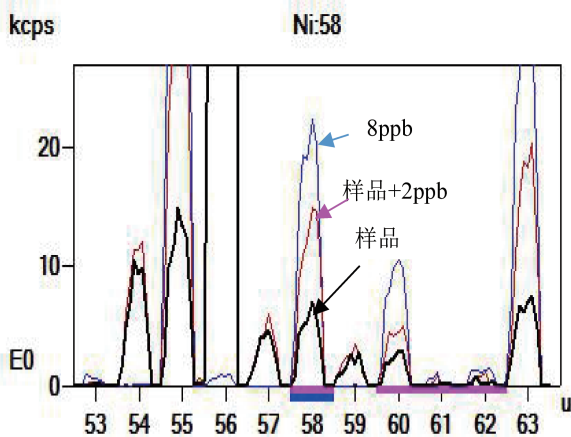


图7 Ni元素质量轮廓

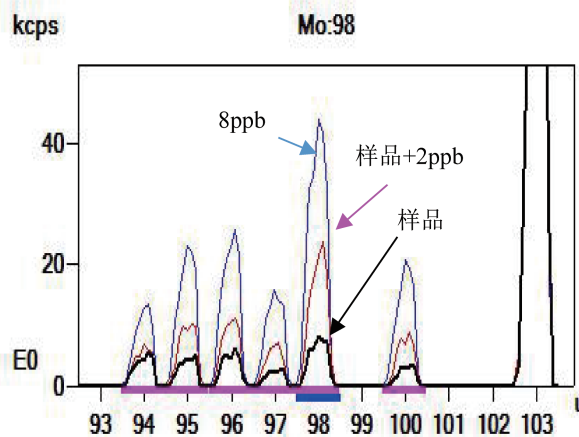


图8 Mo元素质量轮廓

### 2.4 方法检出限

按照实验方法对标准曲线空白的分析元素进行 11 次测定，以结果的 3 倍标准偏差所对应的浓度值作为仪器检出限，并根据样品处理方法计算方法检出限，结果列于表 2。

表2 仪器检出限和方法定量限( $\mu\text{g/L}$ )

元素	仪器检出限	方法检出限
As	0.03	0.09
Cd	0.003	0.008
Cr	0.003	0.01
Cu	0.02	0.06
Hg	0.008	0.03
Mn	0.01	0.04
Mo	0.002	0.007
Ni	0.004	0.01
Pb	0.002	0.005
V	0.003	0.01

## 2.5 样品分析结果

使用 ICPMS-2030 测定了市售中药配方颗粒板蓝根中 As、Cd、Cr、Cu、Hg、Mn、Mo、Ni、Pb 和 V 的含量，并进行加标回收实验以验证方法的准确性。实验结果表明，该方法精密密度 RSD 小于 2.5%，各元素加标回收率为 93~106%，分析结果见表 3。

表3 板蓝根中药配方颗粒分析结果

元素	校正内标	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 ( $\text{mg/Kg}$ )	RSD(%) ( $n=3$ )	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率 (%)
$^{75}\text{As}$	$^{72}\text{Ge}$	0.59	0.15	1.77	1.00	1.57	98
$^{114}\text{Cd}$	$^{103}\text{Rh}$	ND	ND	2.20	0.50	0.51	102
$^{52}\text{Cr}$	$^{45}\text{Sc}$	0.49	0.12	2.32	0.50	1.00	101
$^{63}\text{Cu}$	$^{72}\text{Ge}$	1.77	0.44	1.31	2.00	3.62	93
$^{202}\text{Hg}$	$^{126}\text{Te}$	0.05	0.01	0.45	0.50	0.58	106
$^{55}\text{Mn}$	$^{45}\text{Sc}$	19.9	4.98	1.08	20.0	39.5	98
$^{98}\text{Mo}$	$^{115}\text{In}$	1.54	0.39	0.51	2.00	3.48	97
$^{58}\text{Ni}$	$^{72}\text{Ge}$	2.21	0.55	1.55	2.00	4.18	99
$^{208}\text{Pb}$	$^{209}\text{Bi}$	0.19	0.05	0.33	0.50	0.73	106
$^{51}\text{V}$	$^{45}\text{Sc}$	0.71	0.18	0.64	0.50	1.18	94

ND: 未检出

## 结论

使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪，测定了中药配方颗粒板蓝根中 As、Cd、Cr、Cu、Hg、Mn、Mo、Ni、Pb 和 V 等 10 种重金属元素的含量。实验结果表明，各元素线性关系良好的，相关系数均大于 0.9998，样品测定 RSD 小于 2.5%，样品回收率为 93~106%，该方法各元素检出限为 0.007~0.09  $\mu\text{g/L}$ 。该方法操作简单快速，精密度好，准确度高，适用于中药配方颗粒中的重金属元素检测。