

ICPMS-2030 测定中药材黄芪和白芍中铅、镉、砷、汞、铜元素的含量

ICPMS-020

摘要：参考《中国药典 2015 版》通则 2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定中药材黄芪和白芍中重金属元素的含量。实验结果表明，该方法操作简单，定量准确，线性范围宽，加标回收率在 91.2~104.2% 之间，可满足中药材黄芪和白芍中多种金属元素含量的同时分析。

关键词：中国药典 黄芪 白芍 ICPMS-2030 重金属元素

2015 版药典规定药材中铅、镉、砷、汞和铜重金属检查品种涉及到丹参、水蛭、甘草、白芍、牡蛎、阿胶、昆布、金银花、珍珠、枸杞子、海螵蛸、海藻、蛤壳、黄芪、蜂胶等 15 个药材品种。

这其中，黄芪是百姓经常食用的纯天然品，民间流传着“常喝黄芪汤，防病保健康”的顺口溜，具有增强机体免疫功能、保肝、抗衰老、降压和较广泛的抗菌作用。白芍也称白花芍药，其根入药，被称“白首乌”，

具有平肝止痛、养血调经、敛阴止汗的功效。但由于这些药材本身、产地环境或制备工艺等因素影响，容易导致药材中重金属超标，危害人体健康。因此，准确地分析中药材中重金属含量，建立科学严格的质量监管体系，对确保用药安全有着至关重要的作用。

本文参考《中国药典 2015 版》通则 2321，采用岛津新品电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定了中药材黄芪和白芍中重金属元素含量。

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；实验所用 HNO₃ 为 ICP-MS 级试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的采集和样品前处理

称取制备好的试样 0.5 g (精确至 0.0001 g) 试样于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 10 mL HNO₃，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，加入金单元素标准溶液 (1 μg/mL 200 μL 作用为保持 Hg 元素的稳定性)，用超纯水定容至刻线，摇匀，待测。

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

矩管类型：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：不明晰

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：7.0V

结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 10% HNO_3 的 Pb、Cd、As、Hg、Cu 元素不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，配制浓度如表 1 所示，内标元素 Ge、In、Bi 在线加入，浓度均为 1 $\mu\text{g/mL}$ 。

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(ng/mL)					
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Pb	208	0	1	5	10	20	--
Cd	114	0	0.5	2.5	5	10	--
As	75	0	1	5	10	20	--
Hg	202	0	0.2	0.5	1	2	5
Cu	63	0	50	100	200	500	--

注：所有元素使用氦气碰撞模式

2.2 部分元素标准曲线如下：

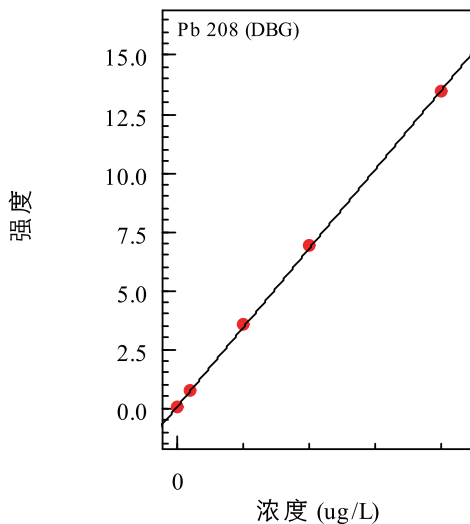


图1 Pb元素的标准曲线 $r=0.99993$

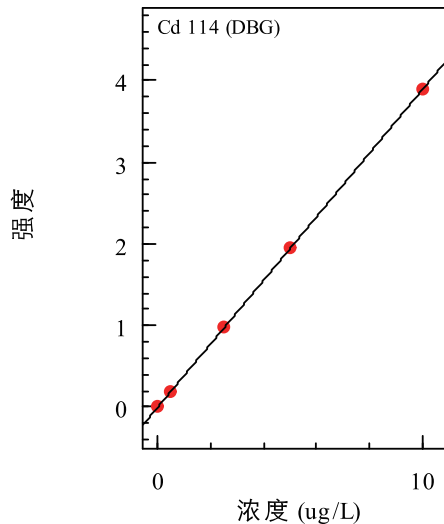


图2 Cd元素的标准曲线 $r=1.00000$

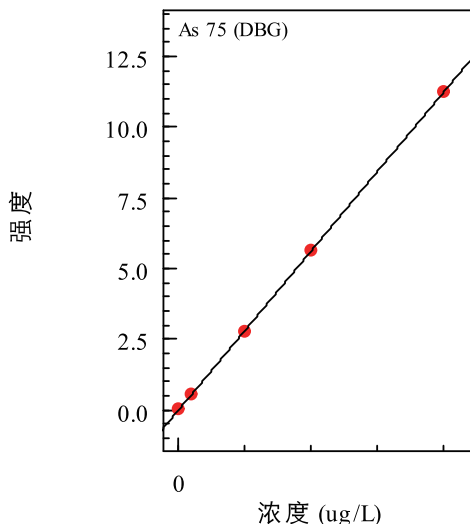


图3 As元素的标准曲线 $r=0.99999$

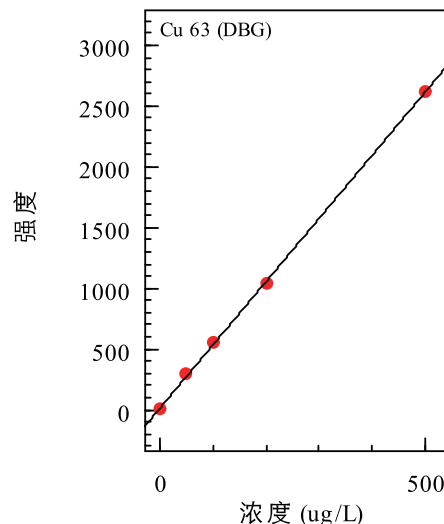


图4 Cu元素的标准曲线 $r=0.99988$

2.3 部分元素质量轮廓图

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除干扰。当分析结果异常，需要经验去识别甄选时，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素综合判断，对结果做出“Best”，“Good”和“NG”的判断，并给出相应的诊断依据，可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

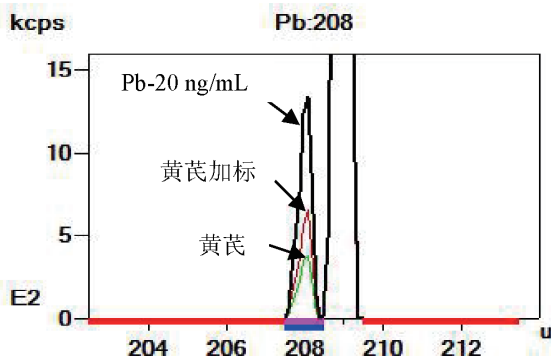


图5 Pb元素质量轮廓图

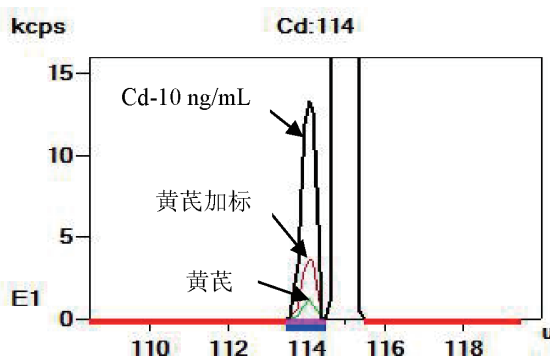


图6 Cd元素质量轮廓图

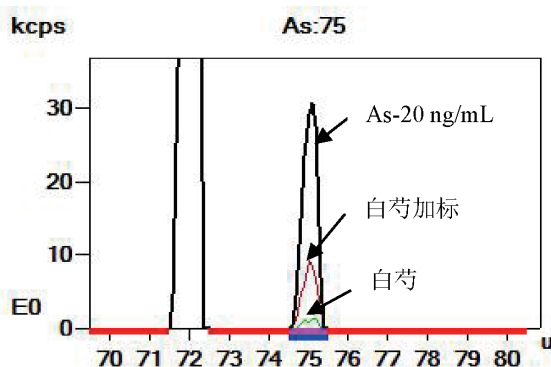


图7 As元素质量轮廓图

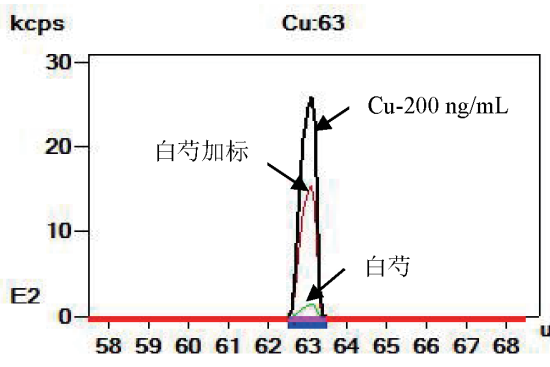


图8 Cu元素质量轮廓图

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 方法检出限

元素	仪器检出限(ng/mL)	方法检出限(mg/kg)
Pb	0.003	0.0003
Cd	0.002	0.0002
As	0.012	0.0012
Hg	0.002	0.0002
Cu	0.064	0.0064

2.5 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 直接测定中药材黄芪和白芍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 3 和表 4。

表3 黄芪分析结果

元素	校正内标	测定结果 (ng/mL)	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 (ng/mL)	测定结果 (ng/mL)	RSD(% (n=3)	加标回收率 (%)
Pb	²⁰⁹ Bi	6.45	0.64	4.0	10.1	1.40	91.2
Cd	¹¹⁵ In	0.86	0.086	2.0	2.88	1.80	101
As	⁷² Ge	1.24	0.12	5.0	5.9	3.70	93.2
Hg	²⁰⁹ Bi	0.20	0.02	0.5	0.72	2.99	104
Cu	⁷² Ge	8.62	0.86	100	110	0.49	101.4

表4 白芍分析结果

元素	校正内标	测定结果 (ng/mL)	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 (ng/mL)	测定结果 (ng/mL)	RSD(% (n=3)	加标回收率 (%)
Pb	²⁰⁹ Bi	2.41	0.24	4.0	6.39	1.42	99.5
Cd	¹¹⁵ In	1.75	0.18	2.0	3.68	0.64	96.5
As	⁷² Ge	1.06	0.11	5.0	5.63	1.65	91.4
Hg	²⁰⁹ Bi	0.18	0.018	0.5	0.67	0.79	98
Cu	⁷² Ge	5.81	0.58	100	110	2.11	104.2

结论

使用岛津公司新品 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了中药材黄芪和白芍中的 Pb、Cd、As、Hg 和 Cu 金属元素含量，加标回收率在 91.2%~104.2% 之间。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，可行性高等特点，可以完全满足药典规定的黄芪和白芍中多种金属元素准确分析的要求。