

利用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 测试薄荷脑中铜、铅、砷、汞、镉元素

作者 黄泽超 衡昇质谱（北京）仪器有限公司

使用 KED 模式对薄荷脑中 5 种元素定量分析



前言

薄荷脑作为一种重要的天然或合成香料，广泛应用于药品、食品、化妆品及日化产品中。其质量安全直接关系到消费者的健康，其中重金属残留是影响其安全性的关键指标之一。重金属如铅（Pb）、镉（Cd）、砷（As）、汞（Hg）等即使在微量情况下也可能通过长期累积对人体造成危害，因此，建立准确、灵敏的薄荷脑中重金属检测方法，对保障产品质量和消费者安全具有重要意义。

当前，重金属检测的主要分析方法涵盖原子吸收光谱法（AAS）、电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）及原子荧光光谱法（AFS）等技术。其中电感耦合等离子体质谱法凭借其优异的灵敏度、极低的检测限和出色的选择性，已成为不同样品基质中重金属分析的常规手段。但薄荷脑作为一种有机化合物基质，其复杂组分可能对重金属测定产生基质干扰，故需通过优化样品前处理（如微波消解、湿法酸解等）和仪器分析参数，来保证检测数据的准确性和可靠性。

本文使用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 在建立薄荷脑中多种重金属的测定方法，分析其污染水平及分布特

征，参照中国药典 2020 版 四部 9101 分析方法验证指导原则 验证其重复性及准确度，为制定薄荷脑药用安全标准提供科学依据，同时为其他药用植物的重金属风险评估提供参考。

实验部分

样品和试剂

所使用样品均由客户提供，参照中国药典 2020 版 4 部 0412 电感耦合等离子体质谱法及对中国药典 2020 版 四部 9101 分析方法验证指导原则进行分析方法验证。

用硝酸（≥ 65%，GR）进行微波消解和标液/样品进行前处理。用过氧化氢（30%，AR）进行微波消解；使用 18.2 MΩ·cm (Millipore, Bedford, MA, USA) 去离子水 (DIW) 进行所有稀释。

标样

使用中国计量科学研究所的铅、镉、砷、汞、铜 5 种单标，配制标准曲线。

使用 2% (v/v) 硝酸溶液由中国计量科学研究所制得含 Ge、Rh、Re 的内标 (ISTD) 溶液。

汞标液稳定剂

取 0.2ml 金元素（1000mg/L）用硝酸溶液（5+95）稀释至 1000ml，用于汞标准溶液的配制

供试品溶液

取样品约 0.3g 置于微波消解管内管中，加入 5ml 硝酸和 2ml 过氧化氢，混匀后按照表 1 的升温程序进行消解，消解完成后，取出，冷却至室温，转移至 50ml 量瓶中，用一级水稀释至刻度，摇匀，同时做方法空白。

表 1. 微波消解仪升温程序

温度/°C	保持时间/min
80	2
120	2
150	2
170	3
190	30

仪器

使用标准 iQuad 2300 ICP-MS（衡昇质谱）进行分析。使用氦气碰撞模式（KED 模式）去除质谱干扰。

所用仪器运行条件及各元素电子稀释参数如表 2 所示。

表 2. 2300 ICP-MS 运行条件

参数	设置
RF 功率 (W)	1500
采样深度 (mm)	1.80
雾化器气体 (L/min)	1.09
雾化器	玻璃同心雾化器
雾室	玻璃旋流雾室
氦气流速 (mL/min)	3.95
测量模式	KED 模式
电子稀释倍数	0

结果与讨论

重复性

使用 2300 ICP-MS 在 KED 运行模式下测量 6 份供试品加标溶液的 5 种元素。表 3 显示，所有元素的重复性结果均符合标准要求。

表 5. 重复性数据

元素	实测平均值(μg/L)	RSD (n = 6)	标准要求(%)
63Cu	28.762	0.7	15
75As	13.639	1.7	15
111Cd	14.341	1.0	15
202Hg	1.351	1.7	15
208Pb	15.012	0.5	15

准确度

为验证本方法的准确度，选择实际薄荷脑样品对五种目标元素进行高低两个浓度水平的加标回收实验。如表 4 所示，各元素在不同加标浓度下的回收率均稳定在 87%-101%之间，证明 2300 ICP-MS 系统能够准确测定样品中所有目标元素。实验数据表明，该方法展现出良好的分析准确性和方法可靠性，完全满足中药材多元素同步检测的技术要求。

表 4. 各种浓度下所有元素的回收率

元素	样品结果 (μg/kg)	加标量(μg/L)		加标回收率(%)	
		A	B	A	B
63Cu	2556.4	10	15	89.3	87.7
75As	19.0	10	15	90.7	87.7
111Cd	6.7	10	15	96.8	93.3
202Hg	0.5	1	1.5	87.8	87.6
208Pb	12.5	10	15	100.1	97.9

结论

采用高灵敏度分析仪器 iQuad 2300 ICP-MS，成功实现了薄荷脑中五种重金属元素（Pb、Cd、As、Hg、Cu）的精准定量分析。经加标回收率验证，所有目标元素的回收率及相对标准偏差（RSD）均满足药典四部相关要求。该仪器展现出优异的方法灵敏度与检测特异性，其稳定可靠的检测性能为中药材质量安全控制提供了有力的技术保障。

参考文献

1. 中国药典 四部 91JHK01 分析方法验证指导原则