

# 利用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 测试杞菊地黄丸中铜、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 模式对杞菊地黄丸中 5 种元素定量分析



### 前言

重金属污染是影响中药安全性的重要因素之一，长期摄入过量铅、镉、砷、汞等重金属可能对人体造成蓄积性危害。杞菊地黄丸作为临床常用的滋阴明目类中成药，其原料药材在种植、加工及生产过程中可能受到环境或人为因素影响，导致重金属残留风险。然而，由于复方制剂成分复杂，且不同药材对重金属的富集能力差异较大，其检测方法面临基质干扰大、前处理繁琐、痕量分析灵敏度要求高等挑战。因此，建立准确、高效的重金属检测方法，对保障杞菊地黄丸的质量安全具有重要意义。本研究旨在优化样品前处理工艺，并采用高灵敏度分析技术，为杞菊地黄丸的重金属限量控制提供科学依据。

根据《中国药典》2020 年版四部 0412 电感耦合等离子体质谱法的规定，采用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）对杞菊地黄丸中的五种重金属元素进行定量分析。为确保检测数据的准确性、可靠性和重现性，严格遵循《中国药典》2020 年版四部 9101 分析方法验证指导原则，对该检测方法进行了系统验证。验证内容包括重复性、线性关系、检测范围、回收率

及精密度等关键指标。结果表明，该方法各项验证参数均符合药典规定的技术要求，能够满足杞菊地黄丸中重金属元素的检测需求，为药品质量控制提供了可靠的分析手段。

### 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 ( $\geq 65\%$ , 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 M $\Omega$ ·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

取细粉约 0.4g 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/ $^{\circ}$ 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

### 线性及范围

将 4 种元素的混合标准溶液用 2% 的硝酸稀释，为了确保汞的稳定性，添加最终浓度为 200 $\mu\text{g/L}$  的金元素到汞标准曲线溶液中。

5 种元素的线性相关性良好，相关系数  $R^2$  均大于 0.9995。表 3 统计了 5 种元素的测量范围和推荐使用的内标。

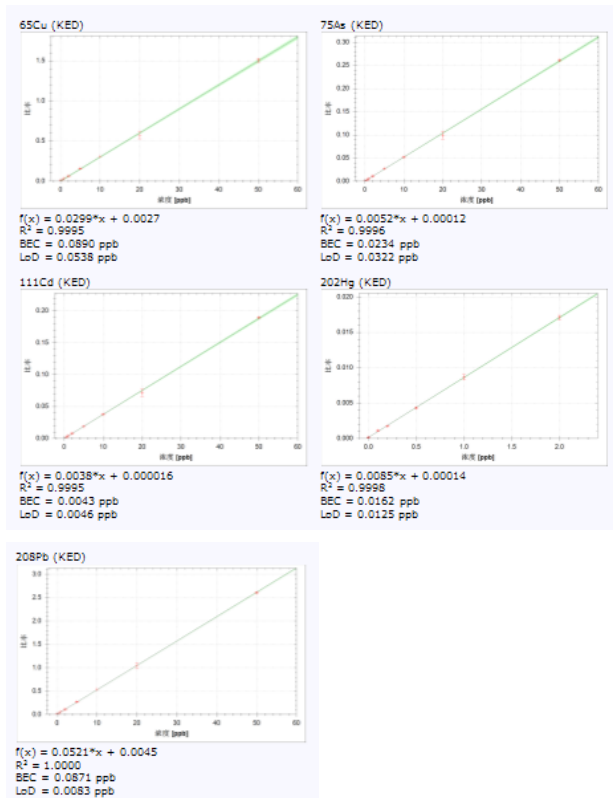


表 3. 标准曲线测量范围

测量元素	线性范围
------	------

63Cu	0~50 $\mu\text{g/L}$
75As	0~50 $\mu\text{g/L}$
111Cd	0~50 $\mu\text{g/L}$
202Hg	0~2 $\mu\text{g/L}$
208Pb	0~50 $\mu\text{g/L}$

### ISTD 回收率测试

在回收率测试过程中，对 106 份样品溶液进行了系统分析。如图 2 所示，三种内标物质的回收率均稳定控制在 $\pm 10\%$ 的允许误差范围内。结果充分验证了 2300 ICP-MS 分析系统具有优异的长期工作稳定性和抗基质干扰性能。整个测试过程中，仪器响应信号保持平稳，不同质量数区间的内标元素均呈现良好的响应一致性。该仪器等离子体对复杂样品基质具有出色的电离效率。特别需要指出的是，在连续进样测试中，未发现明显的锥口基质沉积问题。

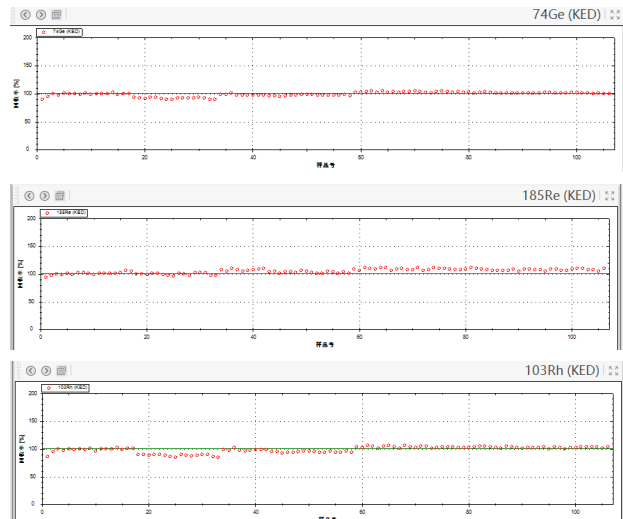


图 2. 所有内标元素的 ISTD 回收率均根据校准空白进行归一化

### 重复性

使用 2300 ICP-MS 在 KED 运行模式下测量 6 份供试品溶液的 5 种元素。表 5 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( $\mu\text{g/kgL}$ )	RSD (n = 6)	标准要求(%)
63Cu	2112	0.6	15
75As	223	2.9	15
111Cd	23	2.9	15
202Hg	4	9.1	15
208Pb	258	0.7	15

### 加标回收率测试

为验证本方法在实际样品检测中的可靠性，对杞菊地

黄丸样品进行了 5 种目标元素的高、低两个浓度水平的加标回收实验。如表 6 所示，各元素在不同加标浓度下的回收率均稳定在 86%-98%之间，结果充分证明 2300 ICP-MS 系统能够准确测定样品中所有目标元素的含量。实验数据表明，该方法具有良好的准确性和可靠性，完全满足中药制剂中多种元素同时检测的分析要求。

表 6. 各种浓度下所有元素的回收率

元素	加标量(μg/L)		加标回收率 (%)	
	A	B	A	B
63Cu	10	15	86.4	86.9
75As	10	15	91.1	93.0
111Cd	10	15	97.5	97.9
202Hg	1	1.5	87.3	89.4
208Pb	10	15	96.9	96.2

## 结论

iQuad 2300 ICP-MS 作为一款高精度分析仪器，成功应用于杞菊地黄丸中五种重金属元素（Pb、Cd、As、Hg、Cu）的定量检测。检测数据显示，各元素含量均远低于《中国药典》2020 年版规定的安全限值。经加标回收率验证，所有元素的回收率均满足药典标准要求，且相对标准偏差（RSD）均控制在 10%以内，完全符合《中国药典》四部的相关规定。该仪器展现出优异的方法灵敏度与检测特异性，其稳定的分析性能为中药制剂的质量安全监测提供了有力的技术保障。

## 参考文献

1. 中国药典 四部 9101 分析方法验证指导原则