

关键词

- ICP-5000
- 中药
- 重金属
- 汞和砷

ICP-5000 测定中药黄芪中的重金属

Determination of Heavy Metals in Radix Astragali by ICP-5000

俞晓峰 李 丹

聚光科技（杭州）股份有限公司

技术特点

- 微量重金属元素
- 汞和砷的检测

中药中重金属对于人体危害较大，2010年版《中国药典》中新增了一些现代分析技术对于相关药品的检测标准。明确指出采用ICP-MS测定中药品中Hg、As、Pb、Cr、Cd、Ni、Sb、Cr、Sn、Cu的含量。加大了原子吸收光谱法在无机离子的含量测定方面的应用。本文采用微波消解法对中药黄芪样品进行前处理，利用ICP-OES测定其中的Pb、Hg、As、Cd、Ni、Sb、Sn、Cr、Cu元素含量，该方法具有操作简便、安全、成本低、准确度高、精密度好等特点。

样品前处理

称取样品 0.5 g（准确至 0.0001 g）样品于微波消解罐中，加入浓硝酸和过氧化氢，放置 1h，按照微波消解仪的最佳升温程序进行消解，冷却后取出，缓慢打开罐盖排气，将消化液转移至 25 mL 容量瓶中，用少量去离子水洗涤消解罐 3 次，洗液合并于容量瓶中并定容至刻度，混匀备测，同时制备试剂空白样品。

其中砷和汞分析检测采用专用氢化物发生装置进行检测，所用还原剂为 1%的氯化亚锡。

仪器配置

仪器：ICP-5000 等离子体原子发射光谱仪；
双向观测（水平+垂直），分析参数见表 1。
进样系统：旋流雾化室，玻璃同心雾化器。
前处理设备：SmartLab HP-306DN 数字型精密电热板、Mill-Q 超纯水机。



表 1 ICP-5000 的仪器条件

参 数	设 置
RF 功率	1150 w
等离子观测	水平
冷却气	12 L/min
辅助气	1.00 L/min
雾化气	0.50 L/min
进样泵速	50 rpm
冲洗泵速	100 rpm
分析时间	长波 10 s, 短波 15s 智能积分

标准溶液配置

被测元素标准溶液配制梯度见表 2，线性相关系数均大于 0.999。

表 2 标准溶液的配制梯度 单位：mg/L

溶液编号	元素名称	标准溶液浓度
1	As、Hg	0、0.01、0.02、0.05
2	Pb、Cr、Cd、Ni、Sb、Sn、Cu	0、0.1、0.2、0.5

方法检出限

按样品空白连续 11 次测定的 3 倍 SD 乘以稀释倍数计算样品中各个元素的方法检出限 (MDL)，结果列于表 3。

表 3 被测元素的方法检出限 单位：mg/Kg

元素波长(nm)	MDL
Hg 194.227	0.0019
As 193.759	0.0061
Cu 324.754	0.0416
Sn 189.989	0.0912
Cr 267.716	0.0342
Sb 206.833	0.0661
Pb 220.353	0.0401
Ni 231.604	0.0235
Cd 228.802	0.0275

注：方法检出限=3倍标准偏差×稀释倍数（0.5 g 到25 mL）

结论

本文对中药样品黄芪进行了测试，结果见表

4 所示，从表 4 可见，所有元素的测定值与标定值相近，表明本方法可用于中药黄芪中多元素的同时检测。

实验结果表明，采用本方法能够将中药样品中的 9 种重金属元素同时消解，测定结果能够满足 2010 年版《中国药典》的相关要求。

参考文献

[1] 国家药典委员会. 中国药典[M]. 北京: 中国医药科技出版社. 2010.
[2] WM/T 2-2004, 药用植物及制剂外经贸绿色行业标准[S]. 2005.

表 4 中药中重金属的分析结果(n=3) 单位：mg/Kg

元素	平行测定结果			平均值	限值要求
	1	2	3		
Cd	<0.0175	<0.0175	<0.0175	<0.0175	0.3
Cr	0.412	0.331	0.353	0.362	-
Cu	3.03	2.88	2.93	2.95	20
Ni	1.01	0.78	0.78	0.83	-
Pb	<0.0501	<0.0501	<0.0501	<0.0501	5.0
Sb	<0.0530	<0.0530	<0.0530	<0.0530	-
Sn	0.352	0.331	0.333	0.342	-
Hg	0.035	0.034	0.033	0.034	0.2
As	0.171	0.252	0.163	0.192	2.0

