

使用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 对感冒清热颗粒进行常规分析

作者 张波 衡昇质谱（北京）仪器有限公司

使用氦模式对感冒清热颗粒消解液中的 21 种元素进行简单稳定的定量分析



前言

感冒清热颗粒是一种常见的中成药，主要用于风寒感冒，针对发热、头痛、恶寒、鼻塞流涕、咳嗽咽干等症状，具有疏风散寒、解表清热的功效，感冒清热颗粒因其疗效确切、使用安全、适应症明确，成为风寒感冒的一线治疗药物，既体现了中医药“辨证施治”的特色，又通过现代化生产满足了当代医疗需求，是传统经典方剂与现代药学结合的典范。中药材种植环境复杂，生产链条长，重金属污染风险（如铅、镉、砷、汞等）可能通过土壤、水源或加工环节引入成品，对患者健康构成潜在威胁。尤其重金属具有蓄积性毒性，长期摄入可能引发肝肾损伤、神经系统损害等严重后果。截至目前，《中华人民共和国药典》（2020 年版）仅对部分重金属元素进行了限值的规定，为了保证药品的质量，需要对中微量元素和重金属等常见金属元素的含量的检定，既是保障用药安全的必要措施，也是药品生产企业履行质量主体责任的核心环节。

本文以某品牌感冒清热颗粒为样本，采用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 对微波消解后的样品溶液中 21 种元素加标回收率的检测。

实验部分

样品和试剂

所购样品为某品牌感冒清热颗粒

用硝酸 ($\geq 65\%$, Sigma-Aldrich) 进行微波消解和样品前处理，使用 18.2 MΩ·cm (Millipore, Bedford, MA, USA) 去离子水 (DIW) 进行定容。

标样

使用 5% (v/v) 硝酸溶液稀释多元素标准品，制得含 21 种元素的校准标样。

使用 5% (v/v) 硝酸溶液由衡昇混合内标制得含 Sc、Ge、Rh、In、Tb、Bi 的内标 (ISTD) 溶液。

样品前处理

使用表 1 所述的微波消解程序，称取 0.5g 样品，先后加入 5mL DIW 与 5mL HNO₃，并对样品进行梯度加标，然后进行微波消解。然后用 DIW 将完全消解的样品稀释至 50mL。

表 1. 微波消解程序

温度/°C	保温时间/min	压力/atm
90	5	10
120	5	20
160	3	30
190	20	40

仪器

使用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 进行分析。使用动能歧视 (KED) 将较小、较快的分析物离子与较大较慢的干扰离子分离。所用流速为 4mL/min。

使用 ICP-MS 软件内的自动调谐功能对 ICP-MS 进行优化。利用 Hansel 自动进样器作为样品引入系统。所用仪器运行条件如表 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)	2
雾化器气体 (L/min)	1.055
透镜调谐	自动调谐
氦气流速 (mL/min)	4

结果与讨论

校准曲线

图 1 为方法中所测试的元素 (^{24}Mg 、 ^{27}Al 、 ^{44}Ca 、 ^{48}Ti 、 ^{51}V 、 ^{52}Cr 、 ^{55}Mn 、 ^{57}Fe 、 ^{59}Co 、 ^{60}Ni 、 ^{63}Cu 、 ^{78}As 、 ^{82}Se 、 ^{88}Sr 、 ^{95}Mo 、 ^{111}Cd 、 ^{118}Sn 、 ^{121}Sb 、 ^{137}Ba 、 ^{205}Tl 、 ^{208}Pb 、 ^{202}Hg) 的线性校准曲线

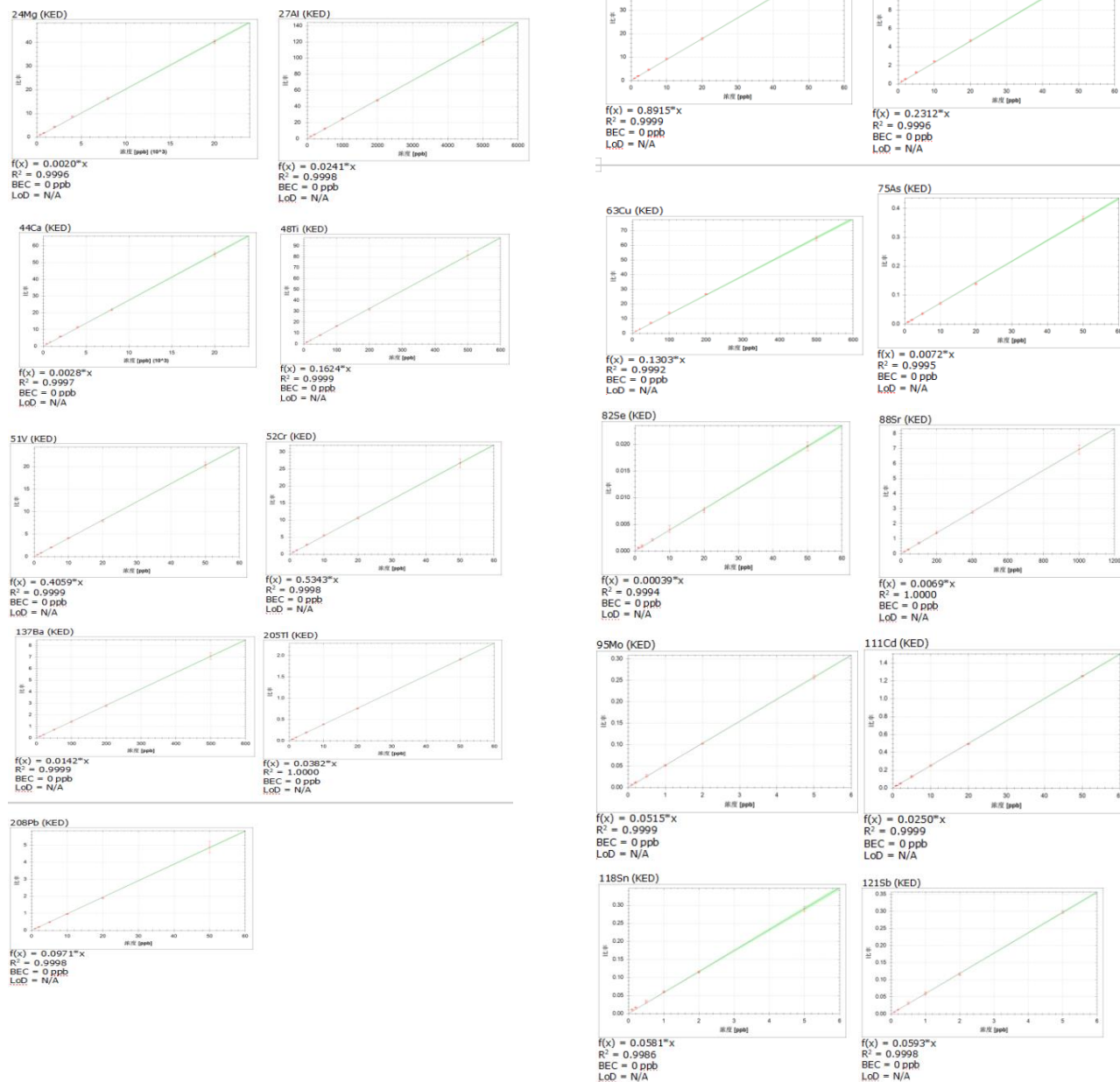


图 1.校准曲线

ISTD 回收率测试

在回收率测试中，结果如表3所示，所有元素ISTD回收率测量结果均处于 $\pm 20\%$ 限值范围内。结果表明2300 ICP-MS具有优异的稳定性，使用仪器自带电子稀释功能，可以使不同线性范围的曲线，在相同氦气模式下，得出满意的结果，大大节省分析时间。

表3 样品加标回收率

元素	样品含量	RSD (n=3)	加标 量	回收 率	加标 量	回收 率
	$\mu\text{g/Kg}$	%	$\mu\text{g/L}$	%	$\mu\text{g/L}$	%
24Mg	873011.9	1.7	800	87.6	4000	86.5
27Al	10710.6	2.7	200	87.9	1000	93.9
44Ca	1042717.1	0.2	800	85.4	4000	86.8
48Ti	2754.1	2.7	20	93.0	100	91.8
51V	38.9	3.1	2	89.2	10	92.0
52Cr	114.1	2.9	2	92.0	10	89.2
55Mn	5312.7	1.3	20	86.3	100	88.7
57Fe	22300.8	0.2	200	85.8	1000	89.2
59Co	86.3	1.1	2	85.7	10	88.8
60Ni	379.4	2.8	2	85.9	10	83.9
63Cu	362.1	1.4	20	84.3	100	83.7
75As	127.6	4.1	2	81.9	10	86.5
82Se	80.2	5.6	2	83.9	10	89.7
88Sr	7843.3	2.4	40	91.0	200	97.1
95Mo	63.4	2.2	0.2	89.6	1	92.0
111Cd	9.3	2.1	2	86.9	10	84.0
118Sn	57.3	4.4	0.2	91.1	1	93.7
121Sb	7.6	1.9	0.2	89.5	1	87.3
137Ba	3374.7	1.6	20	92.8	100	94.9
205Tl	7.7	0.4	2	99.6	10	99.5
208Pb	31.4	1.7	2	99.7	10	99.3

结论

利用Hansel iQuad 2300 ICP-MS对通过微波消解制得的感冒清热颗粒样品中的21种元素进行分析，能够在同一次分析运行中得到测定。

参考文献

1. 中华人民共和国药典：2020版。