

ICP-MS 分析复方甘草口服溶液中 15 种元素*

李智明, 邓 鸣, 卢日刚**

(广西食品药品检验所, 广西南宁 530021)

摘要:建立电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定复方甘草口服溶液中 15 种元素(Cr、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、As、Cd、Sn、Sb、Ba、Hg、Pb、Al、Fe)。样品经微波消解后,根据待测元素的质量数选择相应元素作为内标,采用碰撞模式(氦模式)进行测定。结果显示,15 种元素线性关系良好,相关系数均大于 0.999,各元素的检出限在 0.08~38.00 ng·mL⁻¹,回收率在 88.57%~107.10%(n=6)。该方法操作简便,分析速度快,灵敏度高,线性范围宽,可同时测定多种元素,适用于复方甘草口服溶液中元素的测定。

关键词:复方甘草口服溶液 电感耦合等离子体质谱 元素 微波消解 重金属 限量

中图分类号:R917 文献标识码:A 文章编号:1005-9164(2019)05-0527-05



微信扫一扫,与作者在线交流(OSID)

0 引言

复方甘草口服溶液由甘草流浸膏、复方樟脑酊、愈创甘油醚等组成,其中复方樟脑酊含有樟脑、阿片酊和八角茴香油^[1]。复方甘草口服溶液成分复杂,含甘草、罂粟、八角等植物的提取物,愈创甘油醚、樟脑等化学原料药及其他辅料,各组分均有可能引入有毒有害元素。药品中重金属污染一直是公众关注的重大安全问题,重金属的污染对人体健康的危害是一个渐变的过程,人体重金属含量超过一定的限度将直接影响到人体的健康^[2-5]。大部分金属元素并非生命活动所必须,并且具有一定的致癌性或致畸性,如 Pb、Hg、As、Ba、Cd、Sb;而有些人体必需的微量元素如 Fe、Zn 等对人体内具有重要的生理作用,但超过一定限量均对人体有损害;Cr 也是人体必需的微量元素,

毒性与其价态有关,三价铬基本无毒,但六价铬毒性很强,它会刺激皮肤黏膜引起皮炎、湿疹,刺激呼吸道引起鼻炎、气管炎,进入肠道引起呕吐、腹痛,长期接触具有致癌和致畸的危险^[6]。国内外学者多侧重于研究中药材中元素含量,对于口服液研究较少^[7-9]。现使用比较广泛的检测方法是原子荧光和原子吸收分光光度法,如沙祚炜等^[10]用原子荧光测定中药材中的总砷,汪学英等^[11]用石墨炉原子吸收光谱法测定铅、镉、铜和铁;这两种方法操作比较烦琐,一次只能测定一种元素,而电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法比较简便,一次能够同时测定多种元素,线性范围广,抗干扰能力强,分析速度很快,灵敏度较高,对于测定微量元素来说是最佳选择,如姚春毅等^[12]用电感耦合等离子质谱法快速测定布洛芬注射液中 15 种元素含量。为考察复方甘草口服溶液中各种元

* 广西壮族自治区药品监督管理局 2019 年广西药品安全科学技术研究项目(桂药科 2019-(直属))资助。

【作者简介】

李智明(1987—),男,硕士,工程师,主要从事药品检验及药品质量评价与研究。

【**通信作者】

卢日刚(1961—),男,主任药师,主要从事药品检验及药品质量评价与研究,E-mail:gxifdc_hx@163.com。

【引用本文】

DOI:10.13656/j.cnki.gxkx.20191106.001

李智明,邓鸣,卢日刚. ICP-MS 分析复方甘草口服溶液中 15 种元素 [J]. 广西科学, 2019, 26(5): 527-531, 538.

LI Z M, DENG M, LU R G. Analysis of 15 elements in compound licorice oral solution by ICP-MS [J]. Guangxi Sciences, 2019, 26(5): 527-531, 538.

素含量,保证其用药安全性,本研究建立 ICP-MS 法对其中的 15 种元素进行测定。

1 材料与方

1.1 材料

MARS6 微波消解仪(美国 CEM 公司),配恒温加热板;NexION™ 50 电感耦合等离子体质谱仪(美国 PE 公司);Milli-Q 超纯水系统(美国 Millipore 公司)。

15 种单元素标准溶液浓度为 $1\ 000\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$,均购于中国计量科学研究院;Li、Sc、Ge、In、Bi 混合内标标准溶液为 $10\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$,购于美国 Agilent 公司;硝酸、双氧水为优级纯。复方甘草口服溶液样品总共 21 批,分别由 8 个厂家提供。

1.2 方法

1.2.1 标准溶液制备

用 5%(V/V)硝酸溶液逐级稀释 1.1 中的标准溶液,得到 Cr、Co、Ni、As、Cd、Pb、Sn、Sb 浓度为 $1\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $5\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $10\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $20\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $50\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $100\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$;Cu、Zn、Mn、Al、Ba、Fe 浓度为 $5\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $10\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $50\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $100\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $300\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $500\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$;Hg 浓度为 $0.1\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $0.2\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $0.4\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $0.8\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $1.5\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $2.0\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 6 个浓度级别的 15 种元素混合标准曲线系列。内标用 5%(V/V)的硝酸溶液稀释 Li、Sc、Ge、In、Bi 至 $200\ \text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

1.2.2 样品处理

精密量取样品 2 mL 置于微波消解罐中,置于加

热板上,90℃加热蒸发样品少于 1 mL,冷却后,加入 6 mL 浓硝酸,再 90℃加热 30 min,取下冷却后加入 1 mL 浓硝酸和 1 mL 过氧化氢,安装好消解罐,按照升温程序:10 min 升到 135℃,保持 5 min,1 500 W;10 min 升到 150℃,1 500 W;25 min 升到 190℃,保持 30 min,1 500 W 的条件消解样品,消解完毕冷却后打开消解罐,于加热板上 90℃赶酸气 30 min,冷却后将消解液转移至 50 mL 容量瓶中,并用超纯水多次清洗消解罐与盖子,洗液并入量瓶中,用超纯水稀释至刻度,摇匀即得。同时作试剂空白试验。

1.2.3 仪器方法

氦气碰撞反应模式,用调谐液对仪器工作条件进行优化;氦气流量 $4.3\ \text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$,射频功率 1 550 W,等离子体气流量 $16.0\ \text{L}\cdot\text{min}^{-1}$,辅助气流量 $1.0\ \text{L}\cdot\text{min}^{-1}$,雾化气流量 $1.0\ \text{L}\cdot\text{min}^{-1}$,样品提升速率 $1.0\ \text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$,停留时间和积分时间均为 50 ms,每个进样扫描 20 次,重复次数 3 次。仪器点火后稳定后使用调谐液,对仪器双电荷、灵敏度、氧化物和分辨率等进行优化;然后依次测定标准曲线、样品空白溶液和样品溶液,以响应值为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制标准曲线,由此计算待测样品的质量浓度。

2 结果与分析

2.1 标准曲线、检出限及进样精密度

按实验方法测定空白溶液及标准溶液,绘制标准曲线,得到线性回归方程及相关系数。由仪器测定曲线得到仪器检出限(DL),再根据实际取样量和稀释倍数计算方法检出限。结果见表 1。

表 1 15 种元素的线性方程、线性范围、相关系数、检出限和进样精密度

Table 1 Linear equation, linear range, correlation coefficient, detection limit and sample precision of 15 elements

元素 Element	线性方程 Linear equation	线性范围 Linear range ($\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$)	相关系数 Correlation coefficient	检出限 Detection limit ($\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$)	精密度 RSD Precision (%)
Al	$y=0.001x+0.000$	0~500	0.999 9	14.00	1.9
Cr	$y=0.060x-0.001$	0~100	0.999 9	0.10	1.6
Mn	$y=0.027x+0.032$	0~500	0.999 9	0.70	1.0
Fe	$y=0.001x-0.009$	0~500	0.999 9	38.00	1.1
Co	$y=0.141x+0.009$	0~100	0.999 9	0.08	1.8
Ni	$y=0.048x-0.014$	0~100	0.999 9	0.60	1.2
Cu	$y=0.126x-0.0076$	0~500	0.999 9	0.70	1.9
Zn	$y=0.044x+0.005$	0~500	0.999 9	4.00	1.7
As	$y=0.006x+0.001$	0~100	0.999 8	2.00	2.3
Cd	$y=0.003x-0.001$	0~100	0.999 8	0.40	1.7
Sn	$y=0.002x-0.000$	0~100	0.999 9	1.70	1.4
Sb	$y=0.002x+0.000$	0~100	0.999 9	0.30	1.2
Ba	$y=0.017x-0.037$	0~500	0.999 8	0.40	1.3
Hg	$y=0.002x-0.000$	0~2	0.999 7	1.00	1.0
Pb	$y=0.011x+0.000$	0~100	0.999 9	0.70	1.4

2.2 精密度试验

取混合标准曲线溶液, 连续进样 6 次, 计算各元素的 RSD 在 1.0%~2.3%(表 1)。结果表明方法精密度良好。

2.3 回收率及重复性试验

精密量取复方甘草口服溶液(批号 1706001) 2 mL, 根据样品各元素含量加入混合元素标准溶液适量, 按照 1.2.1 节的方法平行制备 6 份供试品溶液, 同法制备试剂空白溶液, 依次测定, 计算各元素的回收率及其 RSD, 结果见表 2。

2.4 样品测定

21 批复方甘草口服溶液样品按 1.2.1 节的方法制备供试品溶液, 按实验方法测定供试品中的 15 种元素, 结果见表 3。同个厂家不同批号同个元素含量差异明显, 不同厂家之间同个元素其含量也差异较大, 各元素的含量也是相差甚远。

表 2 回收率试验结果 (n=6)

Table 2 Test results of recovery rate (n=6)

元素 Element	样品含量 Contents (ng)	测得量 Measurement (ng)	加入量 Amount added (ng)	回收率 Recovery rate(%)	RSD (%)
Al	805.9	6 083.0	5 000	105.50	1.3
Cr	36.5	1 034.3	1 000	99.78	1.1
Mn	604.0	5 744.3	5 000	102.80	0.7
Fe	1 654.5	6 708.1	5 000	101.10	1.7
Co	4.2	1 005.5	1 000	100.10	1.0
Ni	258.6	1 242.7	1 000	98.41	1.1
Cu	67.8	4 982.3	5 000	98.29	0.9
Zn	1 363.6	5 976.1	5 000	92.25	0.8
As	70.1	1 279.4	1 250	96.75	0.9
Cd	0.3	944.5	1 000	94.42	0.9
Sn	/	897.5	1 000	89.75	0.8
Sb	/	885.7	1 000	88.57	0.5
Ba	20.4	5 006.1	5 000	99.71	0.7
Hg	/	40.5	40	99.59	3.1
Pb	5.4	1 076.5	1 000	107.10	0.4

注: “/”表示未检出

Note: “/” indicates that it is not detected

表 3 样品中元素含量测定结果 (n=2)

Table 3 Determination of element content in samples (n=2)

厂家 Manufactory	批号 Batch number	含量 Content ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)						
		Al	As	Ba	Cd	Co	Cr	Cu
A	1803022	859.0	43.0	4.10	/	18.10	18.100 0	4.94
	1803023	829.0	45.8	9.67	/	17.80	19.000 0	5.14
	1706001	403.0	35.0	10.20	/	2.00	18.300 0	34.00
	1706022	999.0	30.0	8.93	/	9.54	20.500 0	38.80
	1709035	1 710.0	17.6	8.78		6.28	23.900 0	43.90
B	20180601	893.0	34.3	10.30	/	13.90	22.400 0	29.40
	20180602	2 010.0	33.4	12.80	/	13.50	20.300 0	28.00
	20180603	588.0	33.2	4.63	/	13.80	19.100 0	26.90
	20170515	1 960.0	43.0	8.54	/	17.50	20.100 0	31.10
	20170915	2 060.0	27.5	5.23	/	10.10	24.100 0	40.90
C	20180401	4 880.0	26.2	149.00	0.524 0	9.16	20.100 0	45.10
	20180402	1 900.0	24.9	117.00	/	8.37	14.100 0	38.70
	20180403	2 470.0	27.5	121.00	/	8.47	14.500 0	37.90
	17404	2 260.0	48.2	122.00	/	11.00	52.800 0	63.90
	18030	1 390.0	24.8	102.00	/	8.41	13.400 0	43.10
180904	1 830.0	45.6	130.00	0.502 0	15.00	17.100 0	26.90	
D	180507	93.4	72.6	3.74	0.038 7	7.06	0.024 2	17.10
E	170403	228.0	64.0	19.10	0.130 0	4.70	0.019 7	20.70
F	180804	252.0	43.1	7.58	/	7.71	0.020 8	6.29
G	180159	506.0	81.8	56.30	0.045 2	7.61	0.005 8	22.50
H	180706	246.0	75.6	1.15	0.104 0	9.26	0.136 0	59.90

续表 3

Continued table 3

厂家 Manufactory	批号 Batch number	含量 Content ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)							
		Fe	Hg	Mn	Ni	Pb	Sb	Sn	Zn
A	1803022	3 240	/	380	168	23.600	/	/	590
	1803023	3 160	/	389	168	17.500	/	/	593
	1706001	827	/	302	129	2.750	/	/	682
	1706022	855	/	309	129	19.000	/	/	388
	1709035	532	/	293	107	3.420	/	/	428
B	20180601	1 440	/	363	152	9.520	/	/	505
	20180602	1 540	/	367	149	17.000	/	/	469
	20180603	1 460	/	362	150	8.720	/	/	481
	20170515	1 170	/	291	164	/	/	/	475
	20170915	1 520	/	361	134	14.400	/	/	468
C	20180401	5 920	/	770	123	4.420	/	/	588
	20180402	5 200	/	739	120	0.943	/	/	500
	20180403	5 170	/	738	120	4.090	/	/	503
	17404	4 400	/	761	147	8.220	/	/	790
	18030	4 900	/	772	119	13.400	/	/	597
D	180904	8 760	/	1 040	193	10.200	/	/	510
	180507	2 370	/	457	174	/	/	/	413
E	170403	1 250	/	356	169	1.670	/	/	545
F	180804	4 040	/	371	176	1.000	/	/	649
G	180159	8 510	/	465	124	3.760	/	/	309
H	180706	2 300	/	727	167	4.030	/	/	562

注:“/”表示未检出

Note: "/" indicates that it is not detected

3 讨论

3.1 测定结果分析

21 批样品测试结果显示, Fe、Al、Zn、Mn、Ni 含量相对其他元素高, Hg、Sn、Sb 均为未检出, Cd 只有 6 批含量在 $0.0387 \sim 0.5200 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, 其余为未检出。Fe 含量 $0.532 \sim 8.760 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$, Fe 是所有元素中含量最高的, Zn 含量 $0.309 \sim 0.790 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$, 排在第三位。Fe 和 Zn 均为人体必需微量元素^[13], Fe 参与体内氧的运送和组织呼吸过程, 维持正常的造血功能; Zn 参与体内多种酶的组成。两者含量高能增强机体免疫力, 与复方甘草口服溶液用于呼吸道感染, 支气管炎和感冒所产生咳嗽的适应症相吻合。

3.2 元素限量

重金属及有害元素对人体的危害众所周知, 以 Pb、Cd、As、Hg、Cu 等为代表的重金属及有害元素是中药最主要的外源性污染物之一^[14], 本次测定这 5 种元素含量均比较低。目前我国未有关于制剂中元素限量的规定, 需通过制剂处方中各成分的元素限量计算制剂的元素限量。复方甘草口服溶液中的中药类成分甘草^[15]在《中国药典》一部中重金属及有害元

素 Pb、Cd、As、Hg、Cu 限量分别不得超过 5.0 mg/kg 、 0.3 mg/kg 、 2.0 mg/kg 、 0.2 mg/kg 、 20.0 mg/kg , 但是阿片及八角未有相关规定, 而化学原料药及辅料仅规定了重金属总量, 因此无法计算相关制剂中重金属限量。《美国药典》第 40 版^[16]规定口服制剂中元素杂质每日允许暴露量, 参考该限值并按复方甘草口服溶液说明书中成人每日服药剂量为 30 mL 计算出制剂中每毫升元素杂质限量(表 4)。表 3 中 21 批样品 7 种元素杂质 As、Cd、Hg、Pb、Cu、Cr、Ni 的含量均远低于估算的限量, 总体风险较小。

表 4 元素杂质的每日允许暴露量及制剂中限量

Table 4 Daily permissible exposure of elemental impurities and limits in preparations

元素 Element	每日允许量 Daily allowance ($\mu\text{g} \cdot \text{d}^{-1}$)	制剂限量 Limitation of preparation ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)
As	15	0.50
Cd	5	0.17
Hg	30	1.00
Pb	5	0.17
Cu	3 000	100.00
Cr	11 000	366.70
Ni	200	6.70

3.3 消除质谱干扰

质异位素干扰是样品中离子质量相同的其他元素在分析中引起的质谱重叠干扰, 包括难容氧化物、双电荷离子、同量异位素重叠、多原子或加合离子等。为了避免质谱干扰, 仪器通过调谐控制氧化物及双电荷产率, 选择干扰小、丰度大、灵敏度高的同位素, 本研究选择 ^{52}Cr 、 ^{55}Mn 、 ^{59}Co 、 ^{60}Ni 、 ^{63}Cu 、 ^{66}Zn 、 ^{75}As 、 ^{111}Cd 、 ^{118}Sn 、 ^{121}Sb 、 ^{138}Ba 、 ^{202}Hg 、 ^{208}Pb 、 ^{27}Al 、 ^{57}Fe 进行分析测定; 数据采集软件使用数学公式干扰校正, 同时使用碰撞模式(氦模式)。这样不仅能有效地避免了质谱重叠干扰, 而且测定灵敏度也达到标准要求。

3.4 内标的引入与选择

测量时 ICP-MS 本身会引起待测元素信号值波动, 样品基体和纯标准溶液在黏度、电离平衡、传输效率等方面存在差异会造成待测元素检测信号的抑制或增强。通过加入内标元素可有效地监控和校正分析信号的漂移, 并对相应分析信号进行补偿, 提高测定准确度与精密度。内标元素应在样品中不含或含量极低, 且电离能与待测元素接近, 内标元素不受样品基体或待测分析元素的谱线干扰。本实验内标溶液通过三通管在线加入, 由元素质量数选择与其相近的内标, 其中 Cr、Mn、Al、Fe、Co 选用 Sc 作为内标, Ni、Cu、Zn、As 选用 Ge 作为内标, Cd、Sn、Sb 选用 In 作为内标, Ba、Hg、Pb 选用 Bi 作为内标。

4 结论

用 ICP-MS 测定复方甘草口服溶液中 15 种元素的含量, 方法简单、快速、准确, 为其质量控制及合理应用提供了科学参考。

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 二部[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015.
- [2] 吴茂江. 锡元素与人体健康[J]. 微量元素与健康研究, 2013, 30(2): 66-67.
- [3] 熊婵, 黎庆, 马庆伟. 人体微量元素检测方法及其临床应用的研究进展[J]. 中国全科医学, 2018, 21(8): 888-895.
- [4] 孙晓琦, 武天琦, 李璐. 锌、铁、铜、锰微量元素与老年人常见疾病的关系[J]. 现代食品, 2018(18): 43-45.
- [5] 罗小莉, 杨金蓉, 李汝佳, 等. 中药中重金属元素测定的研究进展[J]. 实用医药杂志, 2009, 26(5): 61-63.
- [6] 商標. 快速检测食品中铬、镉、铜、汞的光电型传感方法的建立[D]. 上海: 上海交通大学, 2012.
- [7] 英杰, 潘文庆. 25 种口服液中微量重金属元素锌、铁、铜分析测定[J]. 新疆中医药, 1997(4): 29-31.
- [8] 陈桂茜, 周玲娜, 梅新路, 等. ICP-MS 法测定抗病毒口服液 9 种元素含量及其质量评价[J]. 海峡药学, 2016, 28(11): 56-58.
- [9] 郭丹, 陈娜娜, 杨西晓, 等. 电感耦合等离子质谱法测定常通口服液中重金属镉的含量[J]. 中药新药与临床药理, 2005, 16(3): 197-198.
- [10] 沙淖炜, 徐刚, 郁爱萍, 等. 原子荧光光谱法测定中药材(饮片)中总砷通用方法的研究[J]. 内蒙古中医药, 2016, 35(5): 130-131.
- [11] 汪学英, 殷晓俊. 微波消解样品-石墨炉原子吸收光谱法测定双黄连口服液及其药材中重金属元素[J]. 理化检验: 化学分册, 2012, 48(1): 87-89, 99.
- [12] 姚春毅, 李彪, 贾海涛, 等. 电感耦合等离子质谱法快速测定布洛芬注射液中 15 种元素的含量[J]. 中国药师, 2016, 19(5): 1000-1003.
- [13] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 中国居民膳食营养素参考摄入量: 第 3 部分 微量元素 WS/T 578. 3 - 2017 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2018: 4.
- [14] 张丽娟, 谷学新, 周勇义. 中药产品中的重金属元素[J]. 首都师范大学学报: 自然科学版, 2004, 25(1): 34-36.
- [15] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 一部[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015: 86.
- [16] United States Pharmacopoeial Convention. The United States pharmacopoeia [S]. 40th ed. Rockville, MD, 2016: 295.

Determination of 20 Kinds of Organochlorine Pesticide Residues in Chinese Dispensing Granules by GC-ECD

BAI Guichang, LV Yifeng, LUO Yi, HE Songhua

(Guangxi Institute for Food and Drug Control, Nanning, Guangxi, 530021, China)

Abstract: To establish a GC-ECD method to determine 20 kinds of organochlorine pesticide residues [benzene hexachloride (α -BHC, β -BHC, γ -BHC, δ -BHC), DDT (pp' -DDE, pp' -DDD, pp' -DDT, op' -DDT), PCNB, aldrin, heptachlor, heptachlor epoxide, endrin, dieldrin, hexachlorobenzene, pentachlorophenol aniline, methylpentachlorophenyl sulfide, cis-chlordane, trans-chlordane, oxy-chlordane] in Chinese dispensing granules. Chinese dispensing granules samples were ultrasonically extracted with ethyl acetate, and the extract was purified through Florisil solid phase extraction (SPE) cartridge, and then treated with sulfuric acid to remove the impurities. GC was performed on DB-5 gas capillary column (the column length 60 m, inner diameter 0.25 mm, thickness of film 0.25 μ m) with electron capture detector. The methods used were temperature programming and ECD detector detection. The internal standard method was used for quantitative analysis. The inlet temperature was 250°C and the detector temperature was 300°C. The carrier gas was high purity nitrogen at a flow rate of 1.0 mL \cdot min⁻¹. The pulse was not split injection, and the injection volume was 1 μ L. The results showed that there were good linear relationships between 20 pesticide components at 2~100 μ g/L. The spiked recovery rates of 20 pesticides were in the range of 71.37% to 118.06%, and the relative standard deviation (RSD) was 1.19% to 7.88%. The method is simple and accurate, and can be applied to the simultaneous detection of 20 organochlorine pesticide residues in Chinese dispensing granules.

Key words: Chinese dispensing granules, organochlorine pesticide residues, GC-ECD, Florisil solid phase extraction, sulfuric acid

责任编辑:米慧芝

(上接第 531 页 Continue from page 531)

Analysis of 15 Elements in Compound Licorice Oral Solution by ICP-MS

LI Zhiming, DENG Ming, LU Rigang

(Guangxi Institute for Food and Drug Control, Nanning, Guangxi, 530021, China)

Abstract: An inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) method was established to determine 15 elements (Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, As, Cd, Sn, Sb, Ba, Hg, Pb, Al, Fe) in compound licorice oral solution. The compound licorice oral solution sample was digested by microwave, the corresponding element was selected as an internal standard according to the mass of the element to be tested, and the collision mode (helium mode) was used for measurement. The result showed that the linear relationship of the detected 15 elements was good, and the correlation coefficients were all greater than 0.999. The detection limit of each element was between 0.08 ng \cdot mL⁻¹ and 38.00 ng \cdot mL⁻¹, and the recovery rate was between 88.57% and 107.10% ($n=6$). The method has the advantages of simple operation, high analysis speed, high sensitivity, wide linear range, and simultaneous determination of various elements, and is suitable for the determination of elements in the compound licorice oral solution.

Key words: compound licorice oral solution, ICP-MS, element, microwave digestion, heavy metal, limit

责任编辑:陆雁