

微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定脉络宁注射液中 25 种矿物质元素

汤卫国¹, 王奇志^{2*}, 印敏², 王鸣², 陈雨², 张建华², 冯煦²

1. 金陵药业股份有限公司, 江苏 南京 210009

2. 江苏省中国科学院植物研究所/江苏省药用植物研究开发中心, 江苏 南京 210014

摘要: 目的 建立微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)直接稀释测定脉络宁注射液中 25 种矿物质元素(Mg、Ca、Fe、Cu、Zn、Mn、Al、B、Ba、Co、Cr、K、Li、Mo、Na、Ni、P、Pb、Sr、Th、Ti、V、As、Cd 和 Hg)的方法。方法 分别对微波消解条件和测试条件进行考察; 样品经微波消解后, 采用电感耦合质谱仪测定 25 种矿物质元素, 并对测定方法进行考察。**结果** 确定最佳消解条件为 3 步缓慢升温: 400 W 80 °C 升温 10 min, 保留 5 min; 600 W 120 °C 升温 10 min, 保留 5 min; 900 W 200 °C 升温 20 min, 保留 20 min; 25 种矿物质元素在各自的线性范围内线性关系良好, $r \geq 0.999 6$, 精密性、稳定性和重复性试验的 RSD 均符合定量分析要求; 加标回收率为 94.7%~106.1%, RSD 在 0.34%~2.79%。脉络宁注射液中检测出 Mg、Ca、Fe、Cu、Zn、Mn、Al、B、Ba、Co、Cr、K、Li、Mo、Na、Ni、P、Pb、Sr、Th、Ti、V, 未检出 As、Cd 和 Hg。**结论** 该方法简便、迅速、准确, 适用于脉络宁注射液中 25 种矿物质元素的同时测定。

关键词: 脉络宁注射液; 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法; 微波消解; 矿物质; Mg; Ca; Fe; Cu; Zn; Mn; Al; B; Ba; Co; Cr; K; Li; Mo; Na; Ni; P; Pb; Sr; Th; Ti; V; As; Cd; Hg

中图分类号: R286.014 文献标志码: A 文章编号: 0253-2670(2014)15-2172-06

DOI: 10.7501/j.issn.0253-2670.2014.15.010

Determination of 25 kinds of minerals in Mailuoning Injection by inductively coupled plasma mass spectrometry with microwave digestion

TANG Wei-guo¹, WANG Qi-zhi², YIN Min², WANG Ming², CHEN Yu², ZHANG Jian-hua², FENG Xu²

1. Jinling Pharmaceutical Co., Ltd., Nanjing 210009, China

2. Institute of Botany, Jiangsu Province and Chinese Academy of Sciences / Jiangsu Center for Research & Development of Medicinal Plants, Nanjing 210014, China

Abstract: Objective To establish an inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) with microwave digestion method for the determination of the amounts of trace elements (Mg, Ca, Fe, Cu, Zn, Mn, Al, B, Ba, Co, Cr, K, Li, Mo, Na, Ni, P, Pb, Sr, Th, Ti, V, As, Cd, and Hg) in Mailuoning Injection. **Methods** The conditions of microwave digestion and test were studied respectively. After the microwave digestion, 25 kinds of minerals in the samples were determined by ICP-MS, and the methodology was investigated. **Results** The optimal digestion conditions were 3-step slowly heating: 400 W 80 °C to heat up for 10 min and keep 5 min; 600 W 120 °C to heat up for 10 min and keep 5 min; 900 W 200 °C to heat up for 20 min and keep 20 min. The determination results of 25 kinds of mineral elements all have a good linear relationship, $r \geq 0.999 6$. The RSD values of the precision, stability, and repeatability all met the demands of quantitative analysis. The recovery was 94.7%—106.1% and RSD was 0.34%—2.79%. Mg, Ca, Fe, Cu, Zn, Mn, Al, B, Ba, Co, Cr, K, Li, Mo, Na, Ni, P, Pb, Sr, Th, Ti, and V were detected in Mailuoning Injection, and there was no detection of As, Cd, and Hg. **Conclusion** This method is simple, sensitive, and precise, and could satisfy the simultaneous determination of minerals in Mailuoning Injection.

Key words: Mailuoning Injection; inductively coupled plasma mass spectrometry; microwave digestion; minerals; Mg; Ca; Fe; Cu; Zn; Mn; Al; B; Ba; Co; Cr; K; Li; Mo; Na; Ni; P; Pb; Sr; Th; Ti; V; As; Cd; Hg

收稿日期: 2013-12-20

基金项目: 江苏省产学研联合创新资金——前瞻性联合研究项目(BY2012210); 江苏省科技成果转化专项资金项目(BA2011001)

作者简介: 汤卫国(1963—), 男, 博士, 高级工程师, 研究方向为植物化学。Tel: (025)85803533 E-mail: tang-wg@njlyzy.com

*通信作者 王奇志, 女, 博士, 副研究员。Tel: (025)84347159 E-mail: wangqizhi@cnbg.net; wangqizhi2003@gmail.com

脉络宁注射液由金银花、山银花、玄参、石斛和牛膝5味药材组成,具有养阴清热、培补肝肾、活血化瘀的功效。对于中药注射剂而言,药味越多,成分越复杂,成分的复杂性也决定了其效应的多样性,在未明确之前,很难区分哪些是有效成分、无效成分或毒性成分,也很难为其制定完善的质量标准,更不用说对制剂的改进。原国家食品药品监督管理局在2007年颁布的《中药、天然药物注射剂基本技术要求》中规定了“有效成分制成的注射剂,单一成分质量分数不得低于90%;多成分制成的中药注射剂,总固体中结构明确成分的量不得少于60%,所测成分应大于80%”。

微量元素作为药物药性物质基础的重要组成部分,与药物的药性、药效乃至毒副作用密切相关,因此,微量元素的准确测定对药效研究、药品摄入的安全性问题,以及有害元素(如As、Pb、Cr、Hg、Cu)的限量标准制定都有着十分重要的意义,由此,建立一种处理简单、快速、灵敏度高的方法来对脉络宁注射液中的矿物质元素进行测定显得尤为必要。

微波消解法利用高压消解和微波快速加热,具有消解速度快、污染小、样品消解完全、回收率高的特点,适合于脉络宁注射液复杂成分难消解的特点,同时电感耦合等离子体质谱(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)法是一种新型的元素和同位素分析技术,具有检出限低、动态线性范围宽、干扰少、分析精密度高、速度快、适合多个元素同时测定等优点,具有极高的检测效率,是痕量、超痕量元素分析领域中最先进的方法^[1-6]。本实验采用微波消解-ICP-MS法同时测定脉络宁注射液中的25种矿物质,为脉络宁注射液质量控制和安全性研究提供参考。

1 仪器与材料

Agilent 7700 电感耦合等离子体质谱仪,美国Agilent公司;ETHOSD全自动微波消解仪,意大利Milestone.com公司;Advantage Milli-Q超纯水制备装置,美国密理博公司;EHG36赶酸器,美国Labtech公司;移液器,德国Eppendorf公司;陶瓷电热板,德国IKA公司;其他玻璃器皿用30%硝酸溶液煮沸60 min,再用超纯水冲洗3次以上,晾干备用。10批脉络宁注射液,南京金陵制药厂生产,批号20090609、20100517、20110221、20131251、20140101、20140103、20140105、20140106、20140108、

20140111。68%浓硝酸(优级纯)美国默克公司;1%硝酸溶液(5 mL浓硝酸稀释至500 mL)、过氧化氢(优级纯),国药集团(上海)化学试剂有限公司;10 mg/L Mg、Ca、Fe、Cu、Zn、Mn、Al、B、Ba、Go、Gr、Li、Mo、Ni、P、Pb、Sr、Th、Ti、V多元素标准溶液;100 mg/L K、Na单元素标准溶液;100 μg/L As、Cd、Hg单元素标准溶液以及10 mg/L Li、Sc、Rh、Re内标溶液,国家标准物质中心;实验用水为超纯水(25℃时电阻率>18.1 MΩ·cm)。质谱调谐液,美国Perkin Elmer公司。

2 方法与结果

2.1 实验条件的考察与筛选

2.1.1 微波功率的确定 本实验采用的微波消解仪为中压微波消解仪,由于脉络宁注射液中含有一定量的聚山梨酯80,较难消解,本实验精密量取脉络宁注射液样品10 mL(仪器推荐此类样品的最大称样量),采用较长时间(至少1 h)的预消解,以保证微波消解过程的安全性。微波程序设置方面,本实验采用3步升温,同时在升温速率方面比较缓慢,以保证内罐压力上升较为平缓,通过对最终微波功率实验比较发现:<900 W时,消解效果差,因为脉络宁注射液中有聚山梨酯80,消解液呈黄色浑浊状,消解不完全;>900 W时,消解内压上升过快,脉络宁注射液容易起泡而外漏,有一定的危险性,所以选择900 W的作为终点功率,既可保证消解过程的安全,又能对脉络宁注射液进行很好地消解。

2.1.2 干扰的消除 ICP-MS法的主要干扰来自于物理干扰和基体干扰。物理干扰主要是由于样品脉络宁注射液中含有黏度大的聚山梨酯80和钠盐成分的量高而影响溶液的提升量,通过加大样品溶液稀释倍数可降低物理干扰,脉络宁注射液中除钠外其他无机盐分的量较低。基体干扰主要表现在样品基体检测过程中对检测元素信号产生抑制或增强效应,产生短期或长期漂移,通过分别加入与待测元素物理性质、化学性质以及质量数相近的内标元素,可以监测和校正信号的短期和长期漂移,提高仪器的稳定性,改善测定的精密度,校正一般样品的基体影响。

2.1.3 器皿的清洗方式 对于痕量分析,样品空白的控制至关重要,为了找到合适的清洗方式,本实验随机选取一批新的25 mL量瓶,分别采用纯水冲洗、泡酸后清洗、超声清洗、酸煮后清洗4种方式

清洗,清洗后拿同一次配制的1%硝酸溶液定容,然后放置24 h后上机测定,用酸煮沸的清洗方式所得的信号相应最低,重金属残留最少,效果最好。所以本实验选择酸煮沸后清洗的方式来清洗器皿,以保证实验的准确性和稳定性。

2.2 测试条件

2.2.1 样品处理 用移液器精密量取10 mL 脉络宁注射液样品于消化管中,加入5 mL 硝酸,2 mL 过氧化氢,加盖漏斗,放置过夜(16 h),次日于电热板上80 °C预消化约2 h,冷却后补加2 mL 过氧化氢,然后密封好消化管,放入微波消解器,微波消解程序见表1,消解完毕后,再以180 °C赶酸至近干,冷却后,采用1%硝酸,少量多次洗涤定容至25 mL,备用。

表1 微波消解程序
Table 1 Microwave digestion procedure

消解步骤	功率 / W	温度 / °C	升温时间 / min	保留时间 / min
1	400	80	10	5
2	600	120	10	5
3	900	200	20	20

2.2.2 ICP-MS 工作条件 用质谱调谐溶液优化仪器工作条件,使仪器灵敏度、氧化物、双电荷等各项指标达到测定要求。射频功率1 300 W,雾化室温度为2 °C,等离子体气体流量为15.0 L/min,载气体积流量为0.8 L/min,采样深度为8.0 mm,溶液提升量为0.3 mL/min;透镜电压为6.80 V,模拟电压为-1 600 V,脉冲电压为800 V,扫描方式为跳峰扫描,扫描次数为20次,测量方式为模拟加脉冲,重复次数3次。

2.3 方法学考察^[6]

2.3.1 待测元素同位素、内标的选择和标准曲线的绘制

(1) 待测元素质量数选则的原则:按照干扰小、丰度大的原则来选择同位素的质量数。内标元素的选择可以消除基体干扰和分析信号的漂移,选用与待测元素质量数相近的内标元素。

(2) 内标溶液的制备:精密量取Li、Sc、Rh、Re 单元素标准溶液适量,用水稀释成1 μg/mL 的混合溶液,既得。

(3) 线性关系考察:ICP-MS 的动态线性范围很宽,可高达9个数量级。精密量取Mg、Ca、Fe、

Cu、Zn、Mn、Al、B、Ba、Co、Cr、K、Li、Mo、Na、Ni、P、Pb、Sr、Th、Ti、V、As、Cd 和 Hg 等单元素标准溶液适量,用10%硝酸溶液稀释制成含各元素0、1、5、10、20 ng/mL 的系列质量浓度混合溶液。内标溶液和标准溶液同时注入仪器,在“2.2.2”项的条件下,测量标准系列溶液,绘制标准曲线,以测量值为纵坐标(Y),质量浓度为横坐标(X)进行线性回归,结果见表2。将“2.2.1”项处理过的空白溶液,按与待测样品相同的方法测定10次,计算仪器检出限,各元素的检出限为10个空白试样待测液中各元素标准偏差的3倍,见表2。

2.3.2 精密度试验 将混合对照品溶液(10 mg/L Mg、Ca、Fe、Cu、Zn、Mn、Al、B、Ba、Co、Cr、K、Li、Mo、Na、Ni、P、Pb、Sr、Th、Ti、V、As、Cd 和 Hg 等多元素标准溶液),连续进样5次,计算各元素 RSD 分别为2.62%、2.23%、2.31%、2.11%、2.54%、2.19%、2.61%、2.34%、2.37%、2.16%、1.86%、2.07%、1.79%、2.05%、1.87%、2.21%、2.03%、1.85%、1.59%、1.77%、1.32%、1.07%、0.24%、0.42%、0.26%,表明仪器精密度良好。

2.3.3 稳定性试验 取脉络宁注射液,室温放置,分别于0、2、4、8、24 h 进行测定,计算得到Mg、Ca、Fe、Cu、Zn、Mn、Al、B、Ba、Co、Cr、K、Li、Mo、Na、Ni、P、Pb、Sr、Th、Ti、V 各元素 RSD 分别为1.37%、1.22%、1.35%、1.33%、1.19%、1.53%、1.42%、1.35%、1.17%、1.25%、1.41%、1.52%、1.03%、1.17%、1.24%、1.28%、1.19%、1.04%、1.23%、1.16%、1.13%、1.21%,结果表明,供试溶液室温放置24 h 内稳定性良好。

2.3.4 重复性试验 取脉络宁注射液的消化供试液6份(按“2.2.1”项样品处理步骤进行重复消化),平行测定,计算得到Mg、Ca、Fe、Cu、Zn、Mn、Al、B、Ba、Co、Cr、K、Li、Mo、Na、Ni、P、Pb、Sr、Th、Ti、V 各元素 RSD 分别为1.85%、1.83%、1.75%、1.66%、1.82%、1.67%、1.59%、1.64%、1.88%、1.47%、1.34%、1.53%、1.62%、1.44%、1.38%、1.53%、1.46%、1.27%、1.25%、1.05%、1.11%、1.31%,由此可见,脉络宁注射液的基质效应对本方法影响较小,检测方法稳定可靠。

2.3.5 加标回收率试验 为进一步验证方法的可靠性,本实验通过加一定量的标样,进行测试并计算其回收率。取脉络宁消化供试液,加入混合对照品溶液,各元素加标回收率以及RSD结果见表3。

2.4 样品测定

将微波消解处理好的脉络宁注射液样品消化供

试液用 ICP-MS 在“2.2.2”项的条件下进行检测，结果见表 4。

表 2 待测元素的质量数、内标元素及标准曲线

Table 2 Element isotopes, internal standards, and standard curves

元素	质量数	线性范围 / (mg·L ⁻¹)	回归方程	r	检出限 / (μg·L ⁻¹)	内标
Al	26.98	0.05~5.10	Y=373 831.834 5 X+7 132.632 7	0.999 6	2.60	⁴⁵ Sc
B	10.81	0.05~5.10	Y=16 274.195 5 X+7.712 0	0.999 9	0.000 5	⁷ Li
Ba	137.3	0.05~5.10	Y=43 740.528 2 X+5 576.825 6	0.999 9	0.01	¹⁰³ Rh
Ca	40.08	148.74~294.15	Y=2 177.980 9 X+7 209.937 0	0.999 8	0.23	⁴⁵ Sc
Co	58.93	0.01~10.00	Y=197 223.442 7 X+541.432 9	0.999 7	0.000 5	⁴⁵ Sc
Cr	51.94	0.01~10.00	Y=173 818.078 2 X+3 358.367 1	0.999 9	0.002	⁴⁵ Sc
Cu	63.55	19.72~102.55	Y=142 245.769 1 X+3 239.015 3	0.999 9	0.02	⁴⁵ Sc
Fe	55.85	19.72~102.55	Y=2 692 103.726 4 X+10 713.362 4	0.999 6	0.09	⁴⁵ Sc
K	39.10	242.19~393.77	Y=22 224.374 5 X+416.709 3	0.999 9	11.50	⁴⁵ Sc
Li	6.94	0.05~5.10	Y=45 228.063 6 X+20 142.087 3	0.999 8	0.02	⁷ Li
Mg	24.31	24.79~98.88	Y=146 986.360 0 X+3 408.621 9	0.999 6	0.02	⁴⁵ Sc
Mn	54.94	0.01~10.00	Y=208 308.769 1 X+1 356.409 8	0.999 9	0.009	⁴⁵ Sc
Mo	95.94	0.05~5.10	Y=20 994.570 9 X+21.148 7	0.999 9	0.001	¹⁰³ Rh
Na	22.99	96.68~256.48	Y=458 936.810 0 X+3 613.654 3	0.999 8	15.50	⁴⁵ Sc
Ni	58.69	0.01~10.00	Y=77 003.720 0 X+2 558.836 7	0.999 6	0.003	⁴⁵ Sc
P	30.97	79.14~241.19	Y=241 448.320 0 X+43.054 9	0.999 9	0.000 1	⁴⁵ Sc
Pb	207.20	0.05~5.10	Y=135 418.323 6 X+5 482.094 0	0.999 8	0.007	¹⁸⁷ Re
Sr	87.62	0.05~5.10	Y=199 560.598 2 X+26.163 2	0.999 9	0.003	¹⁰³ Rh
Th	232.04	0.01~10.00	Y=1 120.622 7 X+85.768 8	0.999 9	0.03	¹⁸⁷ Re
Ti	47.87	0.01~10.00	Y=146 463.442 7 X+59.034 7	0.999 9	0.002	⁴⁵ Sc
V	50.94	0.01~10.00	Y=177 176.684 5 X+521.800 1	0.999 9	0.001	⁴⁵ Sc
Zn	65.41	19.72~102.55	Y=33 383.940 9 X+7 724.542 5	0.999 7	0.04	⁴⁵ Sc
As	74.92	0.01~10.00	Y=174 321.910 0 X+109.348 3	0.999 6	0.000 1	⁴⁵ Sc
Cd	112.41	0.01~10.00	Y=207 169.371 8 X+19.047	0.999 9	0.000 1	¹⁰³ Rh
Hg	200.59	0.01~10.00	Y=105 578.500 0 X+17.094 6	0.999 8	0.000 1	¹⁸⁷ Re

表 3 各种元素的加标回收率试验

Table 3 Recovery of each kind of mineral

元素	本底值 / (μg·L ⁻¹)	加标量 / (μg·L ⁻¹)	测定值 / (μg·L ⁻¹)						平均回收率 / %	RSD / %
			1	2	3	4	5	6		
Al	3 336	5 000	8 399	8 376	8 392	8 387	8 383	8 395	100.6	0.89
B	2 538	5 000	7 571	7 583	7 562	7 557	7 569	7 575	100.4	1.22
Ba	1 267	5 000	6 235	6 233	6 276	6 252	6 241	6 229	99.6	2.79
Ca	2 458	5 000	7 508	7 497	7 516	7 501	7 513	7 505	100.6	0.96
Co	5	500	487	489	491	495	493	479	96.8	1.08
Cr	46	500	553	539	552	559	545	549	100.6	1.26
Cu	31	500	565	553	570	557	576	561	106.1	1.50
Fe	398	500	862	853	857	868	860	845	95.4	0.92
K	5 253	50 000	55 039	55 101	55 021	55 047	55 079	55 060	99.6	0.05
Li	7	500	501	499	508	502	505	500	99.1	0.67

续表 3

元素	本底值 / ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	加标量 / ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	测定值 / ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)						平均回收 率 / %	RSD / %
			1	2	3	4	5	6		
Mg	196	500	689	670	657	683	661	690	96.9	2.12
Mn	12	500	537	519	548	530	524	531	103.8	1.91
Mo	135	500	603	587	590	615	606	604	94.6	1.74
Na	2 720 000	50 000	2 761 539	2 766 120	2 770 033	2 753 462	2 739 907	2 749 648	99.5	0.41
Ni	66	500	587	570	585	572	567	563	101.4	1.71
P	2 763	5 000	7 590	7 565	7 578	7 601	7 546	7 562	97.5	0.26
Pb	13	500	535	539	521	530	527	529	103.3	1.18
Sr	23	500	507	513	519	509	505	511	97.6	0.97
Th	850	500	1 321	1 297	1 330	1 319	1 308	1 314	97.3	0.87
Ti	175	500	653	647	660	658	651	655	96.8	0.72
V	54	500	586	579	597	581	590	584	105.8	1.12
Zn	166	500	649	653	636	655	660	648	97.6	1.26
As	0	500	503	500	501	499	498	500	100.0	0.34
Cd	0	500	501	498	502	500	496	495	99.7	0.56
Hg	0	500	500	493	499	500	497	501	99.6	0.59

表 4 10 批脉络宁注射液中 25 种矿物元素的量

Table 4 Contents of 25 kinds of minerals in 10 batches of Mailuoning Injection

批次	质量分数 / ($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)												
	Al	B	Ba	Ca	Co	Cr	Cu	Fe	K	Li	Mg	Mn	Mo
20090609	27.280	17.932	16.106	27.705	0.002	0.059	0.071	1.523	14.305	0.017	0.470	0.048	0.114
20100517	3.336	2.538	1.267	2.458	0.005	0.046	0.031	0.398	5.253	0	0.196	0.012	0.135
20110221	29.381	16.431	18.600	22.968	0.002	0.034	0.397	1.788	23.355	0.052	1.344	0.051	0.148
20131251	27.353	17.097	18.545	22.109	0.001	0.029	0.293	1.530	23.127	0.049	1.209	0.045	0.120
20140101	26.579	17.634	16.153	23.287	0.003	0.045	0.094	1.345	22.885	0.038	0.837	0.037	0.093
20140103	25.845	16.503	14.338	24.345	0	0.021	0.076	1.276	19.986	0.019	0.912	0.024	0.147
20140105	27.410	17.438	18.060	22.673	0.001	0.050	0.328	1.698	23.420	0.034	0.745	0.029	0.103
20140106	26.082	17.036	16.028	23.902	0.003	0.037	0.279	1.407	20.723	0.033	0.640	0.033	0.276
20140108	24.547	15.975	13.104	20.546	0.002	0.033	0.097	1.451	17.934	0.009	0.973	0.057	0.164
20140111	26.046	17.082	15.976	25.781	0.005	0.048	0.175	1.624	20.337	0.037	0.736	0.028	0.172

批次	质量分数 / ($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)											
	Na	Ni	P	Pb	Sr	Th	Ti	V	Zn	Cd	As	Hg
20090609	1 754	0.109	1.559	0.007	0.287	0.608	0.137	0.054	2.898	0	0	0
20100517	2 720	0.066	2.763	0.013	0.023	0.850	0.175	0.054	0.166	0	0	0
20110221	1 352	0.281	0.905	0.042	0.697	0.497	0.144	0.077	0.069	0	0	0
20131251	1 810	0.247	1.309	0.021	0.560	0.501	0.150	0.031	1.084	0	0	0
20140101	2 017	0.194	2.472	0.033	0.472	0.736	0.162	0.062	1.037	0	0	0
20140103	2 265	0.205	1.931	0.019	0.386	0.642	0.128	0.048	2.390	0	0	0
20140105	1 412	0.183	2.378	0.026	0.098	0.563	0.165	0.053	1.775	0	0	0
20140106	1 979	0.178	2.664	0.034	0.451	0.487	0.184	0.065	1.851	0	0	0
20140108	2 376	0.092	1.450	0.009	0.368	0.835	0.110	0.048	2.463	0	0	0
20140111	1 901	0.176	2.077	0.026	0.294	0.544	0.171	0.069	1.722	0	0	0

3 讨论

随着临床使用的增加, 中药注射剂的安全性也越来越受到关注, 中药注射剂不经消化道直接进入体液, 风险更大, 所以对中药注射剂中金属元素进行限量检查具有十分重要的意义。10批脉络宁注射液样品分析结果表明, 脉络宁注射液中含有 Mg、Ca、Fe、Cu、Zn、Mn、Al、B、Ba、Co、Cr、K、Li、Mo、Na、Ni、P、Pb、Sr、Th、Ti、V 等元素, 不含 As、Cd 和 Hg。虽然批次间各矿物元素质量浓度上有差异, 但有害金属元素 Pb、Cu 的质量浓度很低, As、Cd、Hg 均小于检出限, 能满足世界主要国家和组织对进口药材(或食品)中对 Pb、Cd、As、Hg、Cu 残留量的规定, 提示脉络宁注射液样品中上述 5 种明确需要控制的有害重金属元素的残留量是安全的。

结果表明, 通过合理的器皿清洗方式控制样品空白, 采用目前痕量分析领域中最先进的微波消解-ICP-MS 法测定, 同时测定脉络宁注射液中 25 种矿物元素, 该方法精密度高、操作简单、分析速度快、基体干扰少、结果可靠, 具有极高的检测效率。

本实验的研究结果不仅为脉络宁注射液中 25 种矿物元素的测定提供了科学的方法, 也为其质量控制及有害元素限度制定提供了数据支持。

参考文献

- [1] 张玉芬, 韩娜仁花, 赵玉英, 等. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定 6 种蒙药中 7 种金属元素 [J]. 中草药, 2013, 44(4): 434-436.
- [2] 陈燕. 电感耦合等离子体质谱法测定脉络宁注射液中重金属及有害元素铅、砷、镉、汞、铜的含量 [J]. 山西医药杂志, 2011, 40(10): 1035-1036.
- [3] 夏春, 高柱, 臧爱香. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 测定蜂蜜中多种元素 [J]. 食品科学, 2013, 34(2): 278-279.
- [4] 孙忠清, 岳兵, 杨振宇, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定人乳中 24 种矿物质含量 [J]. 卫生研究, 2013, 42(3): 504-509.
- [5] 刘海杰, 周景洋, 焦燕妮, 等. 电感耦合等离子体质谱法同时测定血清金属及有害元素的方法学研究 [J]. 预防医学论坛, 2013, 19(1): 43-45.
- [6] 黄瑞松, 覃冬杰, 张鹏, 等. 广西不同产地和不同采收期大叶钩藤中钩藤碱定量分析 [J]. 中草药, 2012, 43(1): 178-181.