

微波消解-ICP-MS 测定洁白胶囊中重金属含量

张明童, 马潇, 张平, 徐继军*, 李冬华, 杨静, 宋平顺, 杨平荣(甘肃省药品检验研究院, 甘肃省中藏药检验检测技术工程实验室, 兰州 730070)

摘要: 目的 建立电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定洁白胶囊中 Pb、Cd、As、Hg、Cu 等重金属元素的方法, 为洁白胶囊用药安全提供依据。方法 微波消解样品, 以 $30.0 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 Sc 45、In 115 作内标, 采用 ICP-MS 同时测定上述 5 种元素的含量。结果 5 种元素方法检出限为 $0.000\ 5\sim 0.021\ 1 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, 线性关系良好($r>0.99$), 加样回收率为 $98.2\%\sim 105.4\%$, RSD 为 $2.3\%\sim 3.5\%$ 。本次测定的 19 批洁白胶囊中重金属含量为 Pb: $0.2\sim 1.0 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$; Cd: $0.012\sim 0.027 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$; As: $0.18\sim 1.52 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$; Hg: $0\sim 0.151 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$; Cu: $1.4\sim 2.5 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。参照药用植物及制剂外经贸绿色行业标准和新加坡进口中药材和中成药标准, 结果符合规定。结论 该方法简便易行, 准确度灵敏度高、重复性良好, 适用于洁白胶囊中 5 种重金属的测定。

关键词: 电感耦合等离子体质谱法; 洁白胶囊; 重金属; 微波消解

中图分类号: R917 文献标志码: B 文章编号: 1007-7693(2018)07-0963-04

DOI: 10.13748/j.cnki.issn1007-7693.2018.07.003

引用本文: 张明童, 马潇, 张平, 等. 微波消解-ICP-MS 测定洁白胶囊中重金属含量[J]. 中国现代应用药学, 2018, 35(7): 963-966.

Determination of the Contents of Heavy Metals in Jiebai Capsules by Microwave Digestion and ICP-MS

ZHANG Mingtong, MA Xiao, ZHANG Ping, XU Jijun*, LI Donghua, YANG Jing, SONG Pingshun, YANG Pingrong(*Gansu Institute for Drug Control, Gansu Inspection and Testing Technical Engineering Laboratory for Chinese Herbal and Tibetan Medicine, Lanzhou 730070, China*)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish a method for determination of the contents of Pb, Cd, As, Hg, Cu in Jiebai capsule by inductively coupled plasma-mass spectrometry(ICP-MS), provide the basis for the medication safety use of Jiebai capsule. **METHODS** All the samples were digested by microwave, Sc 45 and In 115 of $30.0 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ indium were used as the internal standard to determine the contents of the five elements simultaneously by ICP-MS. **RESULTS** The validated method indicated that correlative coefficients(r) for all elements were >0.99 , and the limits of detection ranged $0.000\ 5\sim 0.021\ 1 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. The recovery rates of the method were $98.2\%\sim 105.4\%$, the RSD were in the range of $2.3\%\sim 3.5\%$. The contents of heavy metals in the 19 batches of Jiebai capsules were as follows, Pb: $0.2\sim 1.0 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$; Cd: $0.012\sim 0.027 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$; As: $0.18\sim 1.52 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$; Hg: $0\sim 0.151 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$; Cu: $1.4\sim 2.5 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$. Referring to foreign trade and economy green industry standards of medicinal plants and preparations and the standards of the imported Chinese medicinal herbs and Chinese patent medicine in Singapore, the results met the requirements. **CONCLUSION** The method is accurate, simple, sensitive and reproducible. It is suitable for the determination of the five heavy metal elements in Jiebai capsule.

KEY WORDS: ICP-MS; Jiebai capsule; heavy metals; microwave digestion

洁白胶囊是中国药典收载品种洁白丸的改进剂型^[1]。方中煨肉豆蔻、煨诃子为君药, 温中行气, 祛寒止痛, 涩肠止泻; 丁香、草豆蔻、草果、沉香为臣药, 降逆止呕, 温中行气; 石榴子、红花、五灵脂、木瓜、土木香为佐药, 提升君臣药温中行气、活血化瘀止痛的功效; 石灰华、寒水石、翼首草为使药, 为清热降火之药, 可制方中余药

温燥之性。洁白胶囊具有健脾和胃、止痛止吐、分清泌浊的功效, 可用于胸腹胀满、小便不利、胃脘疼痛、消化不良、呕逆泄泻等症^[2]。国家药品监督管理局列出的洁白胶囊生产企业仅 2 家(兰州和盛堂制药有限公司、宁夏多维药业有限公司), 涉及 2 个批准文号。

现行标准为《新药转正标准第 15 册》编号:

基金项目: 国家药典委员会 2015 年度“国家药品标准提高”项目(48); 甘肃省科技重大专项计划项目(17ZD2FA009)

作者简介: 张明童, 男, 初级中药师 Tel: 18919008875 E-mail: zhangmingtong2010@163.com *通信作者: 徐继军, 男, 初级中药师 Tel: 15349311675 E-mail: 3127529719@qq.com

WS3-175(X-165)-97(Z)^[3];《新药转正标准第 20 册》编号: WS3-175(Z-165)-98(Z)^[4]。本方中有矿物药寒水石和石灰华,寒水石约占本方的 20%。有研究表明^[5],寒水石中 As 含量超出标准($As \leq 2 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)的样品占所测总样品数的 10.34%。因此有必要对洁白胶囊的重金属含量进行测定,探究重金属污染情况。

电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)与原子吸收分光光度法相比,检测效率高、准确度高、灵敏度高、重现性好。中国药典 2015 年版四部通则 0412 “电感耦合等离子体质谱法”中只规定了仪器和方法的一般要求,样品前处理、仪器参数和系统适用性无详细要求。本实验采用微波消解-ICP-MS 测定洁白胶囊中的重金属含量,对试验中供试品量、微波消解方法、微波消解时间程序、ICP-MS 的仪器参数等进行了预实验优化,降低基体干扰,同时测定铅(Pb)、镉(Cd)、砷(As)、汞(Hg)、铜(Cu) 5 种重金属元素的含量。

1 仪器和试剂

1.1 仪器

7700e 型电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS, 美国 Agilent);微波消解仪、可调式电热板(Milestone);AL-204 型天平(梅特勒-托利多公司)。

1.2 试剂

Pb、Cd、As、Hg、Cu 元素标准溶液 [$1\,000 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 中国计量科学研究院,批号依次为 GBW(E)080118 12115, GBW08612、GBW08611 11115, GBW08619 9041, GBW08615 7064];调谐液($1 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 Ce、Co、Li、Mg、Ti、Y,购自 Agilent,批号: 22-111GSXZ;货号: 5185-5959);内标混合物($100 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的 Bi、G、Li、Sc、Lu、Rh、In、Tb,购自 Agilent,批号: 16-31GSX2;货号: 5188-6525);65%硝酸(默克公司);过氧化氢(优级纯);水为屈臣氏纯净水。

1.3 样品

洁白胶囊(10 批样品购自兰州和盛堂制药有限公司,批号分别为 20170201, 20150102, 20170102, 20150301, 20150402, 20170101, 20141102, 20150904, 20150103, 20170101; 9 批样品购自宁夏多维药业有限公司,批号分别为 21158, 21162, 21164, 21156, 21142, 21141, 21147, 21114, 21160)。

2 方法与结果

2.1 标准溶液

2.1.1 标准贮备液的制备 精密量取 Pb、Cd、As、Cu 标准溶液($1\,000 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)1 mL 置 100 mL 量瓶,加 2%硝酸溶液稀释,制成每 1 mL 含 10 μg 的溶液;精密量取 Hg 标准溶液($1\,000 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)0.1 mL 置 100 mL 量瓶,加 2%硝酸溶液稀释,制成每 1 mL 含 1 μg 的溶液。

2.1.2 标准曲线的制备 分别精密量取 Pb、Cd、As、Hg、Cu 标准贮备液适量,用 2%硝酸溶液稀释制成每 1 mL 分别含 Pb、Cd、As 0, 0.5, 2, 10, 25, 50 ng 的溶液;含 Hg 0, 0.1, 1, 5, 10, 25 ng 的溶液;含 Cu 0, 5, 50, 100, 200, 500 ng 的溶液。

2.2 内标液的制备

常用的内标元素有 Li 6、Sc 45、Ge 74、Y 89、Rh 103、In 115、Tb 159、Ho 165、Bi 209^[6],用以校正响应信号的变化。本研究选用 $1 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 Sc 45、In 115 为内标溶液,通过蠕动泵在线加入,内标溶液用一根很细的管引入,采用一个 Y 接头与样品混合,内标和样品的稀释因数大约为 1/20。为了避免元素附到样品管上,使用浓度至少为 5% 硝酸溶液。

2.3 供试品溶液制备

精密称取供试品约 0.3 g,置消解罐中,加 10 mL 硝酸和 3 mL 过氧化氢浸泡过夜,按以下微波消解程序进行消解: 0~10 min, 功率 1 000 W, 温度 180 $^{\circ}\text{C}$; 10~20 min, 功率 1 000 W, 温度 210 $^{\circ}\text{C}$; 20~45 min, 功率 1 000 W, 温度 45 $^{\circ}\text{C}$ 。取出,赶酸至约 2~3 mL,冷却,2%硝酸定容至 25 mL 量瓶,同法做样品空白,测定。

2.4 测量条件

参照相关文献^[7-10]对 ICP-MS 的部分仪器参数进行优化(利用 $1 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 Ce、Co、Li、Mg、Ti、Y 调谐液对仪器参数进行调节,使仪器灵敏度最高),提高离子化效率、降低干扰。优化的仪器工作条件为雾化室温度: 2 $^{\circ}\text{C}$;射频功率: 1 350 W;等离子气体流速: $15 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$;样品提升量: $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$;载气流速: $1.10 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$;辅助气流速: $1.0 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$;冷却气流速: $15 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$;采样锥孔径: 1.1 mm;采样深度: 7.0 mm;聚焦透镜电压: -6 V;重复次数: 3 次;分析时间: 0.1 s;调谐模式: He。

2.5 线性方程、检出限和定量限

以 2%硝酸为空白, 按“2.4”项下条件检测, 以“2.1.2”项下各元素浓度为横坐标(x), 以标准溶液待测元素分析峰响应值与内标元素参比峰响应值的比值为纵坐标(y)^[11-12]绘制标准曲线。线性回归方程见表 1, 结果 5 种元素在其浓度范围内各元素的分析信号值与浓度均呈良好线性关系。仪器检出限与所用的空白溶液有关, 本研究以 2%的硝酸为空白溶液。平行测定空白溶液 11 次, 计算每种元素计数值的标准偏差(SD), 3SD 对应的浓度即为各元素的仪器检出限(ng·mL⁻¹), 10SD 对应的浓度即为各元素的仪器定量限(ng·mL⁻¹), 再按照取样量为 0.3 g, 稀释倍数为 25 mL 换算成样品的方法检测限(mg·kg⁻¹)和方法定量限^[7-8](mg·kg⁻¹), 结果见表 1。

表 1 各元素检出限、定量限与回归方程

Tab. 1 The LOD, LOQ and correlation coefficients of element

测定元素	仪器检出限/ ng·mL ⁻¹	仪器定量限/ ng·mL ⁻¹	方法检出 限/mg·kg ⁻¹	线性回归方程	r
Pb	0.022 44	0.074 8	0.001 9	y=14 050x+8 239	0.993 8
Cd	0.005 68	0.018 9	0.000 5	y=1 646x+2.533	0.999 6
As	0.039 21	0.130 7	0.003 3	y=64.17x+2.233	0.997 1
Hg	0.053 02	0.176 7	0.004 4	y=1 006x+5.333	0.997 9
Cu	0.254 1	0.847 0	0.021 1	y=10 400x+57 730	1

2.6 重复性试验

取供试品(批号: 21158)6 份, 分别按“2.3”项下方法制备, 按“2.4”项下测量条件检测(n=6), 结果 Pb 的平均值为 0.531 mg·kg⁻¹, RSD 为 3.7%; Cd 的平均值为 0.031 mg·kg⁻¹, RSD 为 2.4%; Cu 的平均值为 2.592 mg·kg⁻¹, RSD 为 2.5%; As 的平均值为 0.542 mg·kg⁻¹, RSD 为 3.2%; Hg 的平均值为 0.052 mg·kg⁻¹, RSD 为 3.8%。表明重复性良好。

2.7 回收率试验

取已知量的供试品(批号: 21158)6 份, 采用加样回收法, 分别精密加入相应的标准溶液适量, 按“2.3”项下方法制备, 按“2.4”项下条件检测, 计算 5 种元素的回收率, 结果见表 2。5 种元素的平均加样回收率为 98.2%~105.4%(RSD 为 2.3%~3.5%)。

2.8 样品中重金属测定结果

样品测定结果见表 3。结果表明, 本次测定的 19 批洁白胶囊中重金属含量为 Pb: 0.2~1.0 mg·kg⁻¹; Cd: 0.012~0.027 mg·kg⁻¹; As: 0.18~1.52 mg·kg⁻¹; Hg: 0~0.151 mg·kg⁻¹; Cu: 1.4~2.5 mg·kg⁻¹。

表 2 各元素加样回收率

Tab. 2 The spiked recoveries of the elements

测定元素	称样量/ g	样品中含 量/μg	加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/ %	平均回 收率/%	RSD/%
Pb	0.312 1	0.167 3	0.100 0	0.274 12	106.82	104.4	3.5
	0.302 5	0.158 2	0.100 0	0.260 18	101.98		
	0.302 1	0.165 5	0.100 0	0.272 24	106.74		
	0.315 4	0.154 4	0.100 0	0.252 62	98.22		
	0.305 0	0.163 5	0.100 0	0.268 94	105.44		
	0.311 4	0.156 1	0.100 0	0.263 04	106.94		
Cd	0.312 1	0.009 7	0.100 0	0.103 15	93.45	98.9	2.9
	0.302 5	0.008 7	0.100 0	0.109 61	100.91		
	0.302 1	0.009 5	0.100 0	0.109 34	99.84		
	0.315 4	0.008 8	0.100 0	0.108 64	99.84		
	0.305 0	0.010 2	0.100 0	0.111 78	101.58		
	0.311 4	0.010 9	0.100 0	0.108 84	97.94		
As	0.312 1	0.170 7	0.100 0	0.273 26	102.56	103.0	2.9
	0.302 5	0.180 4	0.100 0	0.286 61	106.21		
	0.302 1	0.175 2	0.100 0	0.280 41	105.21		
	0.315 4	0.168 6	0.100 0	0.268 44	99.84		
	0.305 0	0.170 6	0.100 0	0.270 56	99.96		
	0.311 4	0.168 8	0.100 0	0.275 04	106.24		
Hg	0.312 1	0.116 3	0.100 0	0.217 51	101.21	105.4	3.3
	0.302 5	0.115 2	0.100 0	0.219 43	104.23		
	0.302 1	0.116 2	0.100 0	0.217 92	101.72		
	0.315 4	0.102 4	0.100 0	0.210 82	108.42		
	0.305 0	0.120 4	0.100 0	0.227 96	107.56		
	0.311 4	0.105 7	0.100 0	0.214 69	108.99		
Cu	0.312 1	0.816 7	1.000 0	1.778 8	96.21	98.2	2.3
	0.302 5	0.821 1	1.000 0	1.769 7	94.86		
	0.302 1	0.885 1	1.000 0	1.868 6	98.35		
	0.315 4	0.865 8	1.000 0	1.871 2	100.54		
	0.305 0	0.854 1	1.000 0	1.846 2	99.21		
	0.311 4	0.822 1	1.000 0	1.822 4	100.03		

表 3 19 批样品中重金属元素含量测定结果

Tab. 3 Content of five elements in 19 samples mg·kg⁻¹

样品批号	测定元素					生产 厂家
	Cu	As	Cd	Hg	Pb	
21158	2.5	0.50	0.027	0.055	0.5	宁夏多 维药业 有限公 司
21160	1.8	0.32	0.021	0.074	0.4	
21162	1.7	0.27	0.019	0.070	0.3	
21142	1.4	0.21	0.016	0.069	0.3	
21164	1.6	0.36	0.017	0.030	0.3	
21156	1.5	0.26	0.015	0.074	0.3	
21141	1.5	0.21	0.015	0.041	0.4	
21114	1.8	0.35	0.019	0.043	0.4	
21147	1.8	0.39	0.019	0.151	0.4	
20170201	1.6	1.38	0.015	0	0.3	兰州和 盛堂制 药有限 公司
20170101	1.6	1.19	0.019	0.011	0.3	
20150301	1.4	0.36	0.012	0.027	1.0	
20150402	1.8	0.33	0.014	0	0.3	
20170102	2.2	1.30	0.018	0.002	0.3	
20170101	2.0	0.68	0.021	0.002	0.3	
20150904	1.4	0.18	0.014	0.016	0.3	
20141102	1.7	1.47	0.023	0.002	0.6	
20150103	1.6	1.52	0.013	0.001	0.2	
20150102	1.6	0.58	0.018	0.002	0.3	

3 讨论

3.1 消解预实验

洁白胶囊样品取样量为 0.1~0.3 g 时, 10 mL 硝酸+3 mL 双氧水可完全消解; 样品取样量为 0.3~0.5 g 时, 12 mL 硝酸+3 mL 高氯酸+3 mL 双氧水才可完全消解; 样品取样量 1.0 g 左右时, 需要 16 mL 硝酸+4 mL 高氯酸+3 mL 盐酸能完全消解。样品取样量越大, 需要的消解液越多。在微波消解高温高压的情况下, 高氯酸的分解可能会使罐内压力增大造成泄露, 存在安全隐患。因此, 本试验选择样品取样量为 0.3 g 左右, 使用 10 mL 硝酸+3 mL 双氧水体系微波消解即可使样品完全消解。双氧水的加入明显提高了消解能力, 消解液为淡黄色透明溶液, 各元素的回收率均较高。

3.2 ICP-MS 仪器参数优化试验

功率为 1.35 kW, 载气、辅助气为 $1.10 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ 冷却气流量 $15 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 样品提升量为 $1.10 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ 时测量灵敏度最高。另外采样深度, 即采样锥孔与焰炬的距离为 7.0 mm, 聚焦透镜电压为 -6 V 时离子有很好的聚焦。以 He 气为碰撞反应气体, 能有效去除氩基相关多原子离子干扰, 从而满足实验分析的要求。

3.3 标准限量规定及测定结果

国际上对中药材、中成药的重金属含量都有具体的规定, 如新加坡要求进口的中药材和中成药中 Pb 应 $\leq 20 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 、As 应 $\leq 5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 、Hg 应 $\leq 0.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 、Cu 应 $\leq 155 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ (Cd 无规定)。我国也有相关规定, 中草药制成的注射剂中重金属含量不得 $> 0.15 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, 其他药品中不得 $> 20 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。《药用植物及制剂外经贸绿色行业标准》(WM/T2-2004) 对药用植物原料及制剂中的重金属及砷盐作了限量规定^[15], 其中 As 应 $\leq 2.0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, Hg 应 $\leq 0.2 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, Pb 应 $\leq 5.0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, Cd 应 $\leq 0.3 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, Cu 应 $\leq 20.0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。参照此规定, 本次测定的 19 批洁白胶囊中重金属及有害元素的含量为 Pb: $0.2 \sim 1.0 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$; Cd: $0.012 \sim 0.027 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$; As: $0.18 \sim 1.52 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$; Hg: $0 \sim 0.151 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$; Cu: $1.4 \sim 2.5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, 结果均未超标。

3.4 方法适用性

重金属及有害元素是评价中药及中成药安全性的重要指标, 本研究采用 ICP-MS 对洁白胶囊中有害重金属 Pb、Cd、As、Hg 和 Cu 进行了含量测

定, 该方法准确、简便、灵敏度高^[14-15], 适用于洁白胶囊中重金属元素的质量控制。此次实验为洁白胶囊的质量控制和品质评价提供了基础资料和理论依据, 同时有助于洁白胶囊的安全性评估。

REFERENCES

- [1] 中国药典. 一部[S]. 2015: 152.
- [2] 王珏, 张喜民, 张训凯. 洁白胶囊[J]. 中药新药与临床药理, 1997(4): 61.
- [3] 国家药典委员会. 国家药品标准新药转正标准第 15 册[S]. 1997: 38.
- [4] 国家药典委员会. 国家药品标准新药转正标准第 20 册[S]. 1997: 439.
- [5] CHEN Z J, ZHOU H F, LU J K, et al. Study on content of heavy metals and harmful elements in calcitum from different regions [J]. World Sci Technol/Mod Tradit Chin Med Mater Med(世界科学技术-中医药现代化), 2011, 14(3): 1678-1682.
- [6] EPA Method 6020A. Inductively Coupled Plasma-mass Spectrometry [S]. 1998: 1.
- [7] PAN Y X, CHEN C F, JIN M N, et al. Determination of Pb, Cr, Cd, As and Cu in Vacant Gelatin capsules by ICP-MS [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2014, 31(3): 339-342.
- [8] SUN D Y, ZHAO W F. Determination of 6 harmful elements in Cattle-hide Glue by microwave digestion-ICP-MS [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2015, 32(10): 1227-1230.
- [9] CHEN J, QIAO F, JIN H Y, et al. Evaluation of the uncertainty for the determination of heavy metals in Strychni Semen by ICP-MS [J]. Chin J Pharm Anal(药物分析杂志), 2013, 33(12): 2176-2182.
- [10] JIN P F, SONG L J, ZOU D, et al. Determination of 7 trace elements in traditional Chinese medicine by ICP-MS [J]. Chin Pharm J(中国药理学杂志), 2007, 42(21): 1660-1664.
- [11] XI W, WANG Y L, WU A Y, et al. Resident determination of 16 kinds of harmful metal elements in *Chrysanthemum morifolium* Ramat. by ICP-MS [J]. Chin Pharm Aff(中国药事), 2012, 26(1): 693-696.
- [12] HE P, SUN W, SUN Y X, et al. Determination of 18 heavy metals in *Salvia miltiorrhiza* and *Panax notoginseng* by ICP-MS [J]. Chin Tradit Pat Med(中成药), 2011, 33(12): 2110-2113.
- [13] WM/T2-2004. Green standards of medicinal plants and preparations for foreign trade and economy(药用植物及制剂外经贸绿色行业标准) [S]. 2004: 1.
- [14] JIANG J, FENG L, LI J, et al. Multielemental composition of suet oil based on quantification by ultrawave/ICP-MS coupled with chemometric analysis [J]. Molecules, 2014, 19(4): 4452-4465.
- [15] XU J, LIU Z F, WANG Y, et al. Determination of inorganic elements in *Ganoderma lucidum* ganoderma lucidum spore powder with different treatments of wall-broken methods by microwave digestion-ICP-MS [J]. Chin J Mod Appl Pharm(中国现代应用药学), 2014, 31(7): 813-817.

收稿日期: 2017-12-15

(本文责编: 李艳芳)