中图分类号：R932；R284.1；R286.0　　文献标志码：A　　文章编号：1006－4931(2025)09－0075－05
doi:10.3969/j.issn.1006－4931.2025.09.016

微波消解－电感耦合等离子体质谱法同时测定蒙脱石散中36种无机元素杂质含量*

熊　欢[1]，陈　萱[2]，朱　琼[1△]

（1. 江苏省泰州市药品检验院，江苏 泰州　225300；2. 南京中医药大学翰林学院，江苏 泰州　225300）

摘要：目的　建立同时测定蒙脱石散中36种无机元素杂质含量的电感耦合等离子体质谱（ICP－MS）法。**方法**　采用微波消解法处理样品，测试模式为碰撞池模式（KED），等离子体输出功率为1 550 W，采样深度为8 mm，最大载流量为1.045 L/min，冷却气流量为14 L/min，辅助气流量为0.9 L/min，蠕动泵转速为40 r/min，进样系统为耐酸系统，手动进样，重复测定3次。**结果**　36种无机元素杂质分别在各自质量浓度范围内与响应值比值的线性关系良好（$r>0.995$，$n=6$）；重复性试验的*RSD*为3.13%～15.06%（$n=6$），日间精密度试验的*RSD*为1.85%～11.56%；平均回收率为77.17%～102.85%，*RSD*为1.67%～15.16%（$n=9$）。5批样品中36种无机元素杂质含量均低于限度值和控制阈值。**结论**　该方法灵敏度高、准确性好，可用于蒙脱石散中36种无机元素杂质的含量测定。

关键词：蒙脱石散；电感耦合等离子体质谱法；微波消解法；无机元素杂质；质量控制

Determination of 36 Inorganic Elemental Impurities in Montmorillonite Powder by Microwave Digestion－ICP－MS

XIONG Huan[1], CHEN Xuan[2], ZHU Qiong[1]

(1. Taizhou Institute for Drug Control, Taizhou, Jiangsu, China 225300; 2. Nanjing University of Chinese Medicine Hanlin College, Taizhou, Jiangsu, China 225300)

Abstract: Objective　To establish an inductively coupled plasma－mass spectrometry (ICP－MS) method for the simultaneously determination of 36 inorganic element impurities in Montmorillonite Powder. **Methods**　Microwave digestion method was used to process the sample, the testing mode was kinetic energy discrimination (KED), the plasma output power was 1 550 W, the sampling depth was 8 mm, and the maximum current carrying capacity was 1.045 L/min, the flow rate of cooling air was 14 L/min, the flow rate of auxiliary air was 0.9 L/min, the speed of peristaltic pump was 40 r/min, the injection system was an acid resistant system, with manual injection and repeated measurements three times. **Results**　The 36 inorganic element impurities had a good linear relationship ($r>0.995$, $n=6$). The *RSD* of the repeatability test was in the range of 3.13%－15.06% ($n=6$), and the *RSD* of the intra－day precision test was in the range of 1.85%－11.56%. The average recoveries of 36 inorganic element impurities were in the range of 77.17%－102.85%, with *RSD*s of 1.67%－15.16% ($n=9$). The impurity content of 36 inorganic element impurities in five batches of samples was lower than the limit value and control threshold. **Conclusion**　This method has high sensitivity and good accuracy, which can be used for the content determination of 36 inorganic element impurities in Montmorillonite Powder.

Key words: Montmorillonite Powder; ICP－MS; microwave digestion method; inorganic element impurities; quality control

蒙脱石散的主要有效成分为蒙脱石，蒙脱石比表面积较大，电荷分布不均匀，在消化道黏膜中的覆盖能力较强，能吸附及固定各种病毒、细菌及其毒素，保护和修复胃肠道黏膜[1－2]。蒙脱石散临床主要用于治疗儿童及成人急、慢性腹泻，也用于治疗婴幼儿病毒性肠炎等多种肠道感染[3－5]。蒙脱石是膨润土经提纯处理后得到的天然矿物来源药品，《欧洲药典》（EP）、《美国药典》（USP）、《日本药典》（JP）中均收载了膨润土，仅USP中规定了铅（Pb）、砷（As）元素杂质的检测方法和限度。2020年版《中国药典（二部）》蒙脱石质量标准中对As盐和重金属进行了控制，但未对其他元素杂质进行定性和定量，无法满足近年来各国药典与相关指导原则对元素杂质检查提出的更高要求。无机元素杂质一般都有不同程度毒性，会对人体神经系统、内脏器官造成潜在毒性，如As、镉（Cd）、镍（Ni）元素有明确致癌性，钴（Co）、钒（V）元素有潜在致癌性，汞（Hg）、金（Au）、铝（Al）元素有肾毒性。蒙脱石散在临床中应用广泛，多为儿童用药。由于其原料蒙脱石属矿物药，含金属元素杂

*基金项目：江苏省市场监督管理局科技计划项目[KJ2023074]。

第一作者：熊欢，女，硕士研究生，主管药师，研究方向为药物分析，（电话）0523－86200636（电子信箱）605154101@qq.com。

△通信作者：朱琼，女，硕士研究生，副主任药师，研究方向为药物分析，（电子信箱）383667503@qq.com。

质风险较大。目前，蒙脱石散中的重金属研究仅针对Pb、Cd、Hg、Co、V、Ni、As、锂（Li）、镁（Mg）、钙（Ca）、锰（Mn）、铁（Fe）、铜（Cu）、锌（Zn）、银（Ag）、硒（Se）、锶（Sr）元素[1,6-7]，对于涵盖人用药品注册技术国际协调会（ICH）Q3D《元素杂质指导原则》[8]中24种元素及其他值得关注元素的检测鲜有报道。药物中元素杂质含量检测方法有原子吸收光谱法[9-10]、原子荧光光谱法[11-12]、电感耦合等离子体发射光谱法[13-14]、电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）法[15-16]四大类，其中ICP-MS法灵敏度高，能检测到极低浓度的元素，更适合痕量元素的分析，采用了先进的干扰校正技术，可有效降低干扰和背景信号的影响，线性范围宽，分析速度快，广泛用于食品、药品、环境、材料等领域的微量元素检测[17-18]。本研究中建立了同时测定蒙脱石散中36种无机元素杂质含量的ICP-MS法，为药品生产企业的质量监控提供技术支撑和数据支持。现报道如下。

1 仪器与试药

1.1 仪器

ICAP RQ型ICP-MS仪（赛默飞世尔科技<中国>有限公司）；Molatom 1820c型超纯水仪（重庆摩尔水处理设备有限公司）；XPE105型电子天平（梅特勒-托利多科技<中国>有限公司，精度为0.01 mg）。

1.2 试药

24种混合多元素标准溶液（唯一标识239023-1，Al、As、硼（B）、钡（Ba）、铍（Be）、铋（Bi）、Cd、Co、铬（Cr）、Cu、Fe、镓（Ga）、Li、Mg、Mn、Ni、Pb、锑（Sb）、锡（Sn）、锶（Sr）、钛（Ti）、铊（Tl）、V、Zn质量浓度均为100 μg/mL），Se单元素标准溶液（唯一标识21B021-2，质量浓度为1 000 μg/mL），铷（Rb）单元素标准溶液（唯一标识23A018，质量浓度为1 000 μg/mL），钼（Mo）单元素标准溶液（唯一标识233031-1，质量浓度为1 000 μg/mL），铑（Rh）单元素标准溶液（唯一标识239037，质量浓度为1 000 μg/mL），钯（Pd）单元素标准溶液（唯一标识226049，质量浓度为1 000 μg/mL），银（Ag）单元素标准溶液（唯一标识23B018-1，质量浓度为1 000 μg/mL），锇（Os）单元素标准溶液（唯一标识23D0193，质量浓度为1 000 μg/mL），铱（Ir）单元素标准溶液（唯一标识236009，质量浓度为1 000 μg/mL），Pt（铂）单元素标准溶液（唯一标识237004，质量浓度为1 000 μg/mL），金（Au）单元素标准溶液（唯一标识232001-1，质量浓度为1 000 μg/mL），Hg单元素标准溶液（唯一标识22C034-4，质量浓度为1 000 μg/mL），钌（Ru）单元素标准溶液（唯一标识23C055，质量浓度为1 000 μg/mL），均购自国家有色金属及电子材料分析测试中心；硝酸（分析纯，德国默克股份两合公司）；盐酸（优级纯，昆山金城试剂有限公司）；实验用水均为超纯水，均现配现用；实验容器材质均为聚四氟乙烯；蒙脱石散（A公司，批号分别为A51541，A68861；B公司，批号分别为230404，220337；C公司，批号为2202113）。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

等离子体输出功率：1 550 W；采样深度：8 mm；最大载气流量：1.045 L/min；冷却气流量：14 L/min；辅助气流量：0.9 L/min；蠕动泵转速：40 r/min；进样系统：耐酸系统；采样模式：碰撞池模式（KED）；手动进样，重复测定3次。

2.2 溶液制备

稀释液：取硝酸30 mL、盐酸15 mL，置2 L烧杯中，加超纯水1.5 L，混匀，即得。

标准贮备液A：精密量取Se，Rb，Mo，Rh，Pd，Ag，Os，Ir，Pt，Au，Ru单元素标准溶液各0.2 mL及24种混合多元素标准溶液2 mL，置同一200 mL塑料量瓶中，用稀释液定容，摇匀，即得。

标准贮备液B：精密量取Hg单元素标准溶液0.5 mL，置100 mL塑料量瓶中，用稀释液定容，摇匀，即得质量浓度为5 μg/mL的Hg元素标准贮备液。精密量取1 mL，置100 mL塑料量瓶中，用稀释液定容，摇匀，即得。

标准曲线溶液A：精密量取标准贮备液A 0.1，0.2，0.5，1.0，2.5，5.0 mL，分别置100 mL塑料量瓶中，用稀释液定容，摇匀，即得质量浓度分别为1.0，2.0，5.0，10.0，25.0，50.0 μg/L的系列混合标准曲线溶液A。

标准曲线溶液B：精密量取标准贮备液B 0.2，0.4，0.8，1.0，2.0 mL，分别置50 mL塑料量瓶中，用稀释液定容，摇匀，即得质量浓度分别为0.2，0.4，0.8，1.0，2.0 μg/L的系列标准曲线溶液B。

供试品溶液：取样品0.25 g，精密称定，置50 mL聚四氟乙烯材质的微波消解罐内，加6 mL 65%硝酸，混匀，浸泡过夜，于电热板上80 ℃条件加热预消解30 min，放冷后置微波消解仪中，采用程序升温消解，120 ℃保持2 min，3 min内升温至150 ℃并保持6 min，5 min内升温至180 ℃并保持25 min，消解完成后，冷却，置85 ℃赶酸器上赶酸4 h，直至样品中棕色烟雾等气体挥发完全，待微波消解罐中的剩余液体接近1 mL时，用超纯水将消解罐内剩余溶液全部转移至50 mL容量瓶中，用超纯水定容，摇匀，即得供试品溶液，放置30 min后测定。

空白溶液：不加样品，按供试品溶液制备方法制备。

2.3 方法学考察

线性关系考察：取2.2项下系列标准曲线溶液A和B

各适量，按 2.1 项下色谱条件进样测定，以各元素质量浓度（X，μg / L）为横坐标、目标元素的响应值比值（Y）为纵坐标进行线性回归。结果见表 1，表明各元素在各自质量浓度范围内与响应值的比值线性关系良好。

检测限与定量限确定：取 2.2 项下空白溶液适量，按 2.1 项下色谱条件连续进样测定 11 次，以 3.3 倍空白响应值标准偏差所对应的质量浓度为检测限，10 倍空白响应值标准偏差所对应的质量浓度为定量限。结果见表 1，表明方法灵敏度高。

精密度试验：精密吸取质量浓度为 10.0 μg / L 的标准曲线溶液 A 及质量浓度为 1.0 μg / L 的标准曲线溶液 B 各适量，于同 1 d 内按 2.1 项下色谱条件连续进样

表 1　方法学考察结果

Tab. 1　Results of the methodology investigation

元素	回归方程	r	线性范围（μg / L）	检测限（μg / L）	定量限（μg / L）	*RSD*（%）				加样加收试验（%，n = 9）	
						日内精密度试验（n = 6）	日间精密度试验（n = 12）	重复性试验（n = 6）	稳定性试验（n = 6）	平均回收率	*RSD*
^{7}Li	Y = 10 381.416 7 X + 784.028 4	0.999 8	1.0 ~ 50.0	0.047 6	0.158 7	3.18	2.02	3.36	1.79	89.12	10.58
^{9}Be	Y = 2 096.561 6 X + 6.000 0	0.999 9	1.0 ~ 50.0	0.012 8	0.042 7	1.95	2.28	5.21	3.14	88.33	10.37
^{11}B	Y = 1 070.604 8 X + 744.025 3	0.999 9	1.0 ~ 50.0	0.284 8	0.949 3	2.14	3.49	3.13	2.22	90.26	8.47
^{24}Mg	Y = 6 541.450 5 X + 27 925.611 3	0.999 8	1.0 ~ 50.0	0.582 5	1.941 7	2.16	3.56	4.02	3.11	88.97	5.03
^{27}Al	Y = 10 303.891 8 X + 35 202.223 3	0.999 7	1.0 ~ 50.0	0.444 5	1.481 7	1.38	3.61	4.99	3.50	90.29	4.45
^{48}Ti	Y = 8 927.775 7 X + 39 595.924 6	0.999 4	1.0 ~ 50.0	0.658 4	2.194 7	0.94	2.17	5.25	1.35	89.67	4.57
^{51}V	Y = 18 026.625 7 X + 10 026.133 4	0.999 9	1.0 ~ 50.0	0.079 6	0.265 3	2.47	4.67	3.74	4.16	88.00	1.67
^{52}Cr	Y = 35 090.934 6 X + 38 243.642 8	1.000 0	1.0 ~ 50.0	0.118 8	0.396 0	3.90	1.85	10.28	3.26	86.50	7.46
^{55}Mn	Y = 156 325.428 6 X + 25 999.451 6	0.999 4	1.0 ~ 50.0	0.014 9	0.049 7	1.17	3.55	4.38	1.15	86.56	5.06
^{56}Fe	Y = 88.478 5 X + 300.005 3	0.999 2	1.0 ~ 50.0	0.548 2	1.644 6	2.79	7.85	3.79	3.21	89.87	2.49
^{59}Co	Y = 65 811.014 8 X + 5 409.210 6	1.000 0	1.0 ~ 50.0	0.019 3	0.064 3	4.11	2.60	4.50	3.74	80.41	7.55
^{60}Ni	Y = 16 156.763 3 X + 8 595.007 7	0.999 9	1.0 ~ 50.0	0.061 5	0.205 0	1.88	2.44	4.34	3.24	87.87	9.98
^{63}Cu	Y = 89 181.724 8 X + 9 525.701 0	0.997 6	1.0 ~ 50.0	0.007 0	0.023 3	2.10	5.86	4.52	1.85	83.64	12.62
^{66}Zn	Y = 13 672.056 9 X + 13 955.894 9	0.999 6	1.0 ~ 50.0	0.143 1	0.477 0	3.37	2.24	3.79	3.93	90.36	4.73
^{71}Ga	Y = 125 857.474 4 X + 824.032 1	0.997 8	1.0 ~ 50.0	0.002 2	0.007 3	1.34	1.99	3.93	3.81	86.20	11.62
^{75}As	Y = 9 856.485 2 X + 490.011 4	0.999 5	1.0 ~ 50.0	0.015 5	0.051 7	2.64	3.66	3.96	3.06	88.05	9.63
^{77}Se	Y = 1 350.394 8 X + 25 921.275 1	0.999 9	1.0 ~ 50.0	0.572 4	1.717 2	2.64	2.36	3.93	2.79	87.51	11.69
^{85}Rb	Y = 359 518.223 4 X + 2 330.246 1	0.999 1	1.0 ~ 50.0	0.002 1	0.007 0	3.44	4.14	4.47	1.99	88.44	5.43
^{88}Sr	Y = 419 194.231 3 X + 49 455.833 2	0.999 9	1.0 ~ 50.0	0.021 8	0.072 7	3.28	6.37	3.43	4.24	95.34	8.54
^{95}Mo	Y = 11 265.270 1 X + 114.001 2	0.999 9	1.0 ~ 50.0	0.010 8	0.036 0	6.37	3.83	13.76	4.92	97.99	3.25
^{101}Ru	Y = 7 696.587 0 X + 1.098 7	0.999 3	1.0 ~ 50.0	0.003 0	0.009 0	2.64	2.94	4.83	5.44	90.69	1.96
^{103}Rh	Y = 507 256.184 2 X + 88.000 6	0.999 5	1.0 ~ 50.0	0.000 1	0.000 3	3.14	4.41	8.88	6.01	91.27	12.66
^{105}Pd	Y = 116 182.434 6 X + 408.008 0	0.997 9	1.0 ~ 50.0	0.000 9	0.003 0	1.86	3.22	15.06	1.05	100.17	3.88
^{107}Ag	Y = 176 618.122 9 X + 540.014 0	1.000 0	1.0 ~ 50.0	0.002 3	0.007 7	2.28	2.42	4.27	0.59	94.06	2.99
^{111}Cd	Y = 31 828.411 8 X + 162.001 6	0.999 8	1.0 ~ 50.0	0.003 8	0.012 7	1.16	2.37	5.59	2.44	86.72	15.97
^{118}Sn	Y = 127 130.028 7 X + 5 343.184 6	0.995 5	1.0 ~ 50.0	0.006 4	0.021 3	2.24	3.24	4.26	4.28	94.70	6.32
^{121}Sb	Y = 106 386.920 7 X + 420.009 5	0.998 3	1.0 ~ 50.0	0.002 7	0.009 0	2.98	2.04	5.69	3.88	91.82	10.08
^{137}Ba	Y = 79 724.599 3 X + 53 403.031 9	0.997 6	1.0 ~ 50.0	0.127 3	0.424 3	4.47	2.55	4.65	1.18	98.14	10.73
^{189}Os	Y = 41 950.000 2 X + 2.000 0	0.999 6	1.0 ~ 50.0	0.000 3	0.001 0	0.66	2.31	3.76	1.20	78.00	3.81
^{193}Ir	Y = 273 021.383 1 X + 40.000 2	0.999 7	1.0 ~ 50.0	0.000 1	0.000 3	5.99	2.95	6.97	3.84	102.54	5.84
^{195}Pt	Y = 104 204.061 1 X + 18.000 1	0.998 5	1.0 ~ 50.0	0.000 5	0.001 7	1.32	1.92	4.81	1.87	91.76	14.00
^{197}Au	Y = 173 903.239 4 X + 3 862.614 9	0.997 7	1.0 ~ 50.0	0.002 6	0.008 7	1.38	2.09	3.44	1.09	77.17	2.08
^{200}Hg	Y = 60 065.630 6 X + 5 138.419 2	0.999 2	0.2 ~ 2.0	0.017 5	0.058 3	5.24	11.56	10.39	5.47	102.85	4.99
^{205}Tl	Y = 795 079.818 2 X + 174.002 1	0.999 8	1.0 ~ 50.0	0.000 1	0.000 3	2.30	2.73	3.48	1.87	101.90	9.92
^{208}Pb	Y = 558 467.378 0 X + 235 005.777 4	0.999 7	1.0 ~ 50.0	0.051 1	0.170 3	4.46	3.23	4.03	1.98	98.79	11.41
^{209}Bi	Y = 941 606.014 3 X + 4 274.726 5	0.999 8	1.0 ~ 50.0	0.001 2	0.004 0	2.18	2.56	4.73	3.12	94.88	15.16

测定6次，或不同时间由不同人员按2.1项下色谱条件连续进样测定6次。结果见表1，表明仪器精密度良好，符合微量元素检测要求。

重复性试验：取样品（批号为A51541）12份，其中6份加标准贮备液A（质量浓度为1 μg/mL）1.0 mL，另外6份加标准贮备液B（质量浓度为0.05 μg/mL）0.8 mL，按2.2项下方法制备供试品溶液，按2.1项下色谱条件进样测定。结果见表1，表明方法重复性良好。

稳定性试验：精密吸取质量浓度为10 μg/L的标准曲线溶液A和质量浓度为1.0 μg/L的标准曲线溶液B及供试品溶液（批号为A51541），室温避光放置0，2，8，24，48时按2.1项下色谱条件进样测定。结果见表1，表明溶液室温避光放置48 h内稳定性良好。

加样回收试验：取样品（批号为A51541）0.25 g，精密称定，置聚四氟乙烯消解罐中，分别加入标准贮备液A 0.2，1.0，2.0 mL，按2.2项下方法制备，即得35种元素的低、中、高浓度回收溶液A，每个浓度平行制备3份；取样品（批号为A5154）0.25 g，精密称定，置聚四氟乙烯消解罐中，分别加入标准贮备液B 0.4，0.8，1.0 mL，按2.2项下方法制备，即得Hg元素的低、中、高浓度回收溶液B，每个浓度平行制备3份。取以上回收溶液各适量，按2.1项下色谱条件进样测定，计算3次结果的平均回收率。结果见表1，表明方法准确度良好。

2.4 样品含量测定

取5批（批号分别为A51541，A68861，230404，220337，2202113）样品各适量，按2.2项下方法制备供试品溶液，按2.1项下色谱条件进样测定，若超过标准曲线范围，则将样品稀释至合适质量浓度再测定，根据标准曲线计算各元素的含量。根据ICH Q3D《元素杂质指导原则》制订元素限度，限度=日允许暴露量（PDE）/制剂最大日剂量，蒙脱石散最大日剂量为9 g。结果见表2。

3 讨论

3.1 元素杂质种类确定

ICH Q3D《元素杂质指导原则》中明确指出了24种需要控制的元素杂质。蒙脱石散为天然矿物药，考虑到本身或生产工艺可能存在其他元素杂质，故还增加了Al，B，Be，Bi，Fe，Ga，Mg，Mn，Sr，Ti，Zn，Rb元素。故本研究中采用ICP-MS法同时测定36种无机元素杂质含量，以进一步提高蒙脱石散的安全性。

3.2 样品前处理

蒙脱石散属矿物药，基质复杂，难以消解，采用常规的湿法消解、干法消解易对部分易挥发元素造成损失，从而使测定结果偏低，故本研究中采用微波消解法处理样品。微波消解是在一个固定的容器中，以高压、高温的方式完全破坏样品基质，提高消解效率，使待测元素能完全解离出来。蒙脱石散经微波消解完全后，溶液放置30 min，取上清液进行检测，无须过滤，加样回收率也符合测定要求。

3.3 含量测定结果分析

不同批次的蒙脱石散中重金属含量存在差异，如2A类元素V的最高含量是最低的4.82倍，Ti元素的最高含量是最低的3.67倍。ICH Q3D给出PDE值的24种元素，5批样品含量均符合ICH的要求，风险较低。Al，B，Be，Bi，Fe，Ga，Mg，Mn，Sr，Ti，Zn，Rb元素由于毒性相对较低，未被确定PDE值，但5批样品中均检出一定浓度残留，对其风险监控十分必要。

3.4 方法评价

本研究中建立的方法灵敏度高、准确性好，可用于蒙脱石散中36种无机元素杂质的含量测定。

参考文献

[1] 黄 蕊，孙启泉，傅风华，等. ICP-MS法测定蒙脱石散中7种重金属元素[J]. 中草药，2019，50(6)：1360-1364.
[2] 黄 蕊，孙启泉，傅风华，等. 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定蒙脱石散中的三氧化二铝、氧化镁[J]. 烟台大学学报(自然科学与工程版)，2019，32(4)：404-407.
[3] 李中飞. 双歧杆菌四联活菌片联合蒙脱石散治疗小儿腹泻的临床效果及对炎性因子、血锌水平和免疫功能的影响[J]. 临床合理药学，2024，17(1)：119-122.
[4] 彭娥莲. 儿泻康贴膜联合蒙脱石散辅助布拉氏酵母菌散治疗轮状病毒感染性肠炎的临床效果[J]. 临床合理药学，2024，17(1)：133-135.
[5] 韩 瑛，杨 梅，王 楠，等. 蒙脱石散联合穴位贴敷治疗儿童诺如病毒感染性腹泻的效果[J]. 妇儿健康导健，2023，2(24)：50-52.
[6] 王 红，杨 浩，贾贵敏，等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定蒙脱石散中五种金属元素[J]. 中国无机分析化学，2020，10(6)：8-13.
[7] 刘 江，张志强，李 悦. ICP-MS测定国家集采药品蒙脱石散中14种微量元素的含量[J]. 海峡药学，2022，36(8)：22-26.
[8] ICH. Guideline for Elemental Impurities：Q3D(R2)[EB/OL]. (2022-04-26)[2024-02-26]. https://database.ich.org/sites/default/files/Q3D-R2_Guideline_Step4_2022_0308.pdf.
[9] 郭旭光，郑子栋. 火焰原子吸收法测定枸橼酸铋钾胶囊中铋的含量[J]. 中国药事，2014，28(12)：1365-1366.
[10] 李 樾，贺瑞玲，石 岩，等. 石墨炉原子吸收光谱法测定山嵛酸甘油酯中镍的含量[J]. 中国药事，2012，26(5)：487-489.
[11] 喻亮宇，黄海萍，何 雄，等. 药用玻璃容器中砷、锑、铅、镉浸出量测定方法的研究[J]. 中国药事，2014，28(5)：501-506.
[12] 李晓燕，刘彦刚，刘 伟，等. 原子荧光法检测药品中汞、硒、砷、铋的含量[J]. 中国药事，2012，26(9)：950-952.
[13] 邱知红. 微波溶样ICP-OES测定明胶制空心胶囊中的无机元素[J]. 中国药事，2011，25(3)：248-251.
[14] 蒋秋桃，曾 丽，丁 野，等. 微波消解-ICP-OES法检测湘产朱砂中重金属的含量[J]. 中国药事，2014，28(11)：

表 2　蒙脱石散样品中 36 种无机元素杂质含量测定结果

Tab. 2　Results of the content determination of 36 inorganic element impurities in Montmorillonite Powder samples

元素	批号（mg / kg）					限度	PDE
	A51541	A68861	230404	220337	2 202113	（mg / kg）	（μg / d）
^{7}Li	6. 931 6	30. 484 1	3. 269 3	4. 179 5	9. 183 3	61. 111 1	550
^{9}Be	0. 483 7	2. 333 0	1. 089 9	1. 342 8	0. 799 7	–	–
^{11}B	0. 901 3	3. 163 0	0. 543 6	0. 905 9	0. 876 2	–	–
^{24}Mg	5 564. 925 6	7 516. 616 9	5 941. 864 1	7 934. 676 9	7 887. 680 7	–	–
^{27}Al	10 939. 962 7	15 109. 406 7	11 451. 026 3	16 442. 617 2	18 233. 664 9	–	–
^{48}Ti	115. 015 1	43. 614 2	55. 563 7	105. 228 8	159. 901 4	–	–
^{51}V	3. 472 7	1. 345 5	1. 301 1	1. 583 4	6. 259 3	11. 111 1	100
^{52}Cr	0. 143 7	0. 995 7	0. 981 2	1. 276 7	2. 638 4	1 222. 222 2	11 000
^{55}Mn	44. 486 5	48. 471 2	68. 940 8	84. 097 5	73. 352 3	–	–
^{57}Fe	70 958. 905 2	12 195. 924 5	20 636. 417 8	18 113. 174 2	51 117. 635 9	–	–
^{59}Co	1. 191 2	0. 476 3	0. 351 8	0. 432 3	1. 646 4	5. 555 5	50
^{60}Ni	2. 459 2	2. 231 4	2. 199 7	2. 648 8	3. 995 3	22. 222 2	200
^{63}Cu	0. 638 4	0. 277 3	0. 201 2	0. 228 8	2. 000 9	33. 333 3	3 000
^{66}Zn	7. 929 5	6. 367 8	5. 324 2	6. 780 6	14. 644 1	–	–
^{71}Ga	0. 789 4	1. 298 3	0. 731 2	0. 937 1	1. 239 8	–	–
^{75}As	0. 142 4	0. 163 7	0. 164 9	0. 194 7	0. 224 4	1. 666 6	15
^{77}Se	ND	ND	ND	ND	ND	16. 666 6	150
^{85}Rb	2. 499 5	1. 280 5	1. 083 9	1. 128 6	5. 075 8	–	–
^{88}Sr	26. 662 1	34. 360 6	30. 846 3	38. 411 2	43. 813 6	–	–
^{95}Mo	0. 023 8	0. 032 8	0. 041 8	0. 047 7	0. 040 6	333. 333 3	3 000
^{101}Ru	ND	ND	ND	ND	ND	11. 111 1	100
^{103}Rh	0. 014 0	0. 019 3	0. 017 0	0. 019 1	0. 024 6	11. 111 1	100
^{105}Pd	1. 133 3	1. 815 4	3. 387 8	5. 223 0	1. 516 8	11. 111 1	100
^{107}Ag	0. 342 6	0. 440 4	0. 460 6	0. 523 4	0. 401 1	16. 666 6	150
^{111}Cd	0. 010 8	0. 007 9	0. 017 9	0. 021 3	0. 013 9	0. 555 6	5
^{118}Sn	ND	ND	ND	ND	ND	666. 666 6	6 000
^{121}Sb	ND	ND	ND	ND	ND	133. 333 3	1 200
^{137}Ba	14. 067 4	22. 198 5	4. 402 3	6. 553 4	27. 089 0	155. 555 6	1 400
^{189}Os	0. 002 2	0. 003 6	0. 004 2	0. 004 9	0. 003 5	11. 111 1	100
^{193}Ir	0. 004 4	0. 008 0	0. 005 6	0. 006 7	0. 004 6	11. 111 1	100
^{195}Pt	0. 009 4	0. 016 3	0. 010 9	0. 013 6	0. 010 0	11. 111 1	100
^{197}Au	ND	ND	ND	ND	ND	11. 111 1	100
^{200}Hg	ND	ND	ND	ND	ND	3. 333 3	30
^{205}Tl	0. 003 8	0. 003 7	0. 016 0	0. 022 2	0. 005 9	0. 888 9	8
^{208}Pb	0. 407 6	0. 532 7	0. 510 4	0. 506 7	0. 532 2	0. 555 6	5
^{209}Bi	0. 002 0	0. 011 8	0. 017 6	0. 022 2	0. 006 1	–	–

注：ND 表示未检出，– 表示未明确规定。

Note: ND indicates undetected, – indicates unspecified.

1247 – 1251.

[15] 胡　幸，匡鑫玉，曾令高. 电感耦合等离子体 – 质谱法测定艾司唑仑片中 7 种元素杂质含量[J]. 中国药业，2024，33(9)：7 – 10.

[16] 黄　华，郑　明，何志刚，等. 电感耦合等离子体质谱法测定注射用芝麻油中 10 种无机元素含量[J]. 中国药业，2024，33(8)：88 – 91.

[17] 于　丽，贾　杰，吕红英，等. 微波消解 – 电感耦合等离子体质谱法测定大米及其种植土壤中 8 种重金属含量[J]. 福建分析测试，2023，32(6)：40 – 46.

[18] 王　媛，梁晓军，嵇心怡，等. 电感耦合等离子体 – 质谱法同时检测土壤 8 种金属元素[J]. 现代预防医学，2022，49(16)：3025 – 3028.

（收稿日期：2024 – 05 – 18；修回日期：2024 – 11 – 24）