

Application News

No.J101A

ICP 発光分光分析 Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

生薬中有毒元素の分析：ICPE-9800 シリーズ Analysis of Harmful Elements in Herbal Medicines by ICPE-9800 Series

はじめに

Introduction

生薬は、動植物、菌類、鉱物など天然に存在する薬効をもつ産物から有効成分を精製することなく、医薬品（一般用医薬品）、あるいは食品、機能性食品、栄養補助食品として用いられます。医薬品としての生薬は、各国で有害元素における安全基準が設けられています。生薬における有害元素の規制として、Table 1 に WHO の推奨レベル¹⁾と中国の輸出入基準値²⁾を示します。

今回、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9800 シリーズを用い、生薬の分析を行いました。ICPE-9800 シリーズは、ミニトーチプラズマと全元素・全波長が同時分析可能な分光器により、高感度・高精度、ハイスループット・低コストで分析を行うことができます。

S. Hashimoto

Table 1 生薬における有害元素の規制 (mg/kg)
Harmful Element Regulation of Crude Drugs

元素名	As	Cd	Cu	Hg	Pb
WHO推奨レベル		0.3			10
中華人民共和国 生薬輸出入基準値	2	0.3	20	0.2	5

試料

Sample

日本国内に流通する生薬。

試料の前処理

Sample Preparation

ヒ素 (As) や水銀 (Hg) 等の低沸点元素は、酸の添加や加熱などの操作により揮散損失することがあります。従って、前処理としては、元素の損失が少なく、かつ効率的に処理（溶液化）できる方法が求められます。今回、マイクロ波試料前処理装置を用いて、試料の分解を行いました。

乾燥試料 0.5 g に、濃硝酸 7.5 mL、濃塩酸 0.5 mL を加え、マイクロ波試料前処理装置で分解を行いました。分解後、処理液に超純水を加え 25 mL に定容し分析試料としました。別に、試料を上記と同様の前処理を行い、対象元素の標準溶液を添加した、添加回収試験用試料を作製しました。

装置と測定条件

Instrument and Analytical Conditions

測定には、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9800 シリーズを用いました。測定条件を Table 2 に示します。ICPE-9800 シリーズは、エシエル分光器と CCD 検出器の採用により、全元素・全波長の同時分析が可能であり、測定対象元素や試料が多い場合でも、ハイスループットで測定を行うことができます。また、ミニトーチプラズマ、Eco モード、真空分光器の採用により、従来の ICP に比べ、ガスにかかるランニングコストを大幅に低減できます。

生薬は、その種類によりカルシウム (Ca)、カリウム (K)、マグネシウム (Mg) など多量の共存元素を含みます。一般的に多量の共存元素を含む試料の場合、イオン化干渉等により分析値に誤差を生じる場合がありますが、ICPE-9800 シリーズのミニトーチプラズマは、高温プラズマであり、高感度であると共にイオン化干渉の影響を低く抑えます。

Table 2 測定条件
Analytical Conditions

装置	: ICPE-9800 シリーズ
高周波出力	: 1.2 kW
プラズマガス流量	: 10 L/min
補助ガス流量	: 0.6 L/min
キャリアーガス流量	: 0.7 L/min
試料導入	: ネブライザー 10
チャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸 (AX)
測定時間	: 2 分 30 秒/試料 (リンス時間込み)

分析

Analysis

検量線法で、As, Cd, Cr, Cu, Hg, Pb, Sn の定量分析を行いました。

[参考資料]

- 1) 植物薬の汚染物質および残留物に関する WHO 品質評価ガイドライン (WHO Guidelines for Assessing Quality of Herbal Medicines with Reference to Contaminants and Residues), 日本 OTC 医薬品協会, 2009 年 3 月発行
- 2) Green Trade Standards of Importing & Exporting Medicinal Plants & Preparations (中華人民共和国対外貿易経済合作部, 2001 年 4 月発行, 2001 年 7 月 1 日施行)

■分析結果

Analytical Result

Table 3 に定性分析による主成分の半定量結果を示します。半定量結果は、ソフトウェアに内蔵されているデータベースから自動的に算出されます。ICPE-9800 シリーズでは、全元素の定性データは、定量分析と同時に取得・保存されます。この機能により、定量分析後でも、主成分の元素・濃度を把握し、分析元素に対する影響を考慮することができます。

Table 4 に分析結果を、Table 5 に添加回収試験結果を示します。Fig. 1 にスペクトル線プロファイルを示します。検出限界は、WHO 推奨レベル、また中国輸出入基準値以下で

あり、十分な感度を有することがわかります。また、添加回収率はいずれも良好な結果を示しており、Ca や K など、高濃度に含有される共存元素の影響なく正確に定量できていることがわかります。

■まとめ

Conclusion

ICPE-9800 シリーズを用いることで、生薬中有害元素を高感度に、正確に、更に低コストで測定することができます。

Table 3 生薬中主要成分の定性分析半定量結果 (wt%)
Semi-Quantitative Results for Herbal Medicines by Qualitative Analysis (wt%)

	Ca	K	Mg	S	Al	P	Si	Fe	Mn	Ba	Sr	Na
インヨウカク	3.7	1.1	0.35	0.45	0.18	0.31	0.16	0.12	0.060	0.021	0.021	0.008
ボウフウ	1.6	0.65	0.38	0.35	0.25	0.25	0.11	0.09	0.006	0.013	0.025	0.070

Table 4 生薬の分析結果 (μg/g)
Analytical Results for Herbal Medicines

試料名	元素名	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Pb	Sn
1 カルダモン (小荳蔻)		<	0.06	<	5.4	<	0.3	<
2 ケイヒ (桂皮)		<	<	0.4	6.6	<	0.6	<
3 インヨウカク (淫羊)		0.4	0.13	2.8	4.5	<	1.5	<
4 ニンジン (人参)		<	0.03	0.04	5.0	<	<	<
5 ジオウ (地黄)		<	<	0.4	3.8	<	<	<
6 シャクヤク (芍薬)		<	<	0.3	4.2	<	<	<
7 ボウフウ (防風)		<	<	0.5	6.6	<	<	<
8 ウコン (鬱金)		<	0.04	0.1	2.1	<	4.3	<
検出限界		0.2	0.007	0.02	0.04	0.07	0.1	0.04
WHO推奨レベル			0.3				10	
中華人民共和国 生薬輸出入基準値		2	0.3		20	0.2	5	

検出限界：検量線ブランクを 10 回繰返し測定し求めた標準偏差の 3 倍濃度×希釈倍率 (50)

<：検出限界未満

Table 5 生薬中微量元素の添加回収試験結果 (添加回収率：%)
Recovery Rate in Spike / Recovery Test (%)

3 インヨウカク (淫羊)	99	98	99	101	101	96	98
7 ボウフウ (防風)	100	97	99	102	102	98	100

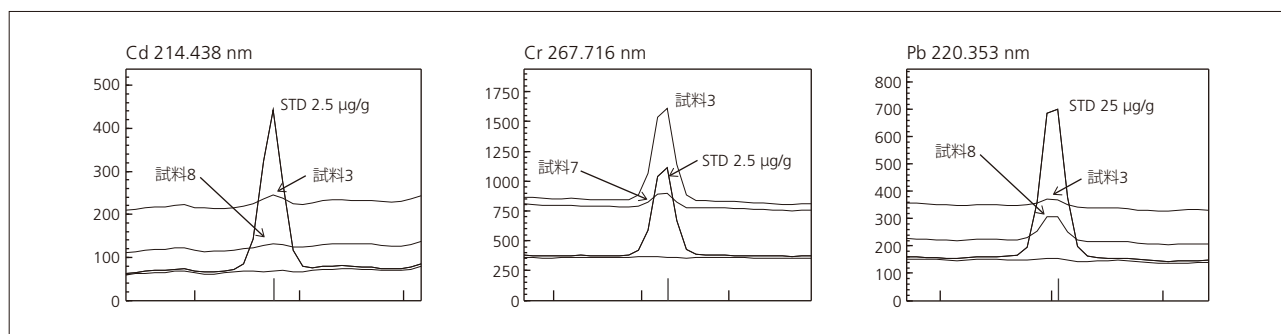


Fig. 1 生薬試料中 Cd, Cr, Pb のスペクトル線プロファイル
Spectral Profiles of Cd, Cr, and Pb in Herbal Substances
* 図中濃度は、試料 (固体) 中濃度

A 改訂版発行：2015年4月
初版発行：2014年8月

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075)813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

3100-03501-480IK
2015.4