

ICP-AES 法测定灭菌水药包材中金属元素的含量

ICP-137

摘要：参考《化学药品注射剂与塑料包装材料相容性研究技术指导原则（试行）》与《2016年12月化学药品与弹性体密封件相容性指导原则》，使用岛津公司 ICPE-9820 全谱直读型电感耦合等离子体发射光谱仪同时测定灭菌水中 Al、Mg、Ca、Si 等多种金属元素，并通过加标回收率实验对方法进行验证，加标回收率为 95~103%。实验结果表明，该方法操作简单，定量准确，可满足灭菌水药包材中金属元素的含量分析。

关键词：药包材 灭菌水 ICP-AES 金属元素

灭菌水储存在药用包装袋中，药品生产企业在选择及确认包装密封件时应以对药品的包装、储存、运输和使用中起到保护药品质量、实现给药目的为原则。

如果药品包装袋已经属于合格的药材，只需要对药品包装袋储存溶液进行测试。通常塑料制品测试 Al、Mg、Ca、Si 四个元素。

ICP-AES 用于金属元素分析，具有灵敏度高、线性

范围宽、测试速度快、可同时测定多元素等优点。本文参考《化学药品注射剂与塑料包装材料相容性研究技术指导原则（试行）》与《2016年12月化学药品与弹性体密封件相容性指导原则》，使用岛津公司 ICPE-9820 全谱直读型电感耦合等离子体发射光谱仪同时测定灭菌水中 Al、Mg、Ca、Si 金属元素含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用的 HNO₃ 等试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

灭菌水可以直接测定，进行加标验证。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	同心	标准	旋流	1.20	14.0	0.7	27.12	1.2

结果与讨论

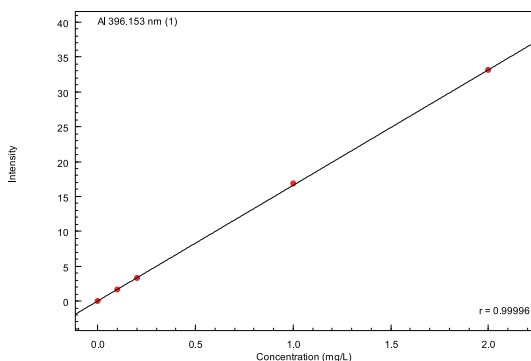
2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 1% 硝酸配置 Al、Mg、Ca、Si 元素不同浓度标准溶液于 50 mL 容量瓶中，配制浓度如表 2 所示。

表2 多元素标准溶液浓度及波长

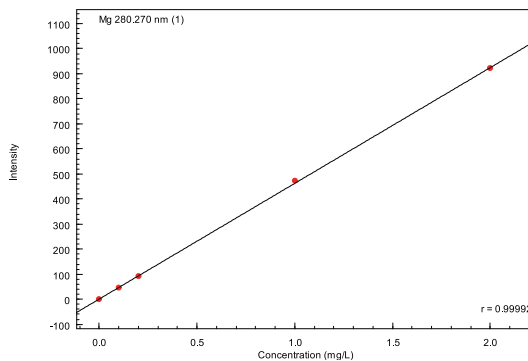
元素	波长 (nm)	标准曲线浓度(mg/L)				
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4
Al	396.153	0.00	0.10	0.20	1.00	2.00
Ca	315.887	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00
Mg	280.270	0.00	0.10	0.20	1.00	2.00
Si	251.611	0.00	0.10	0.20	1.00	2.00

2.2 部分元素标准曲线如下:



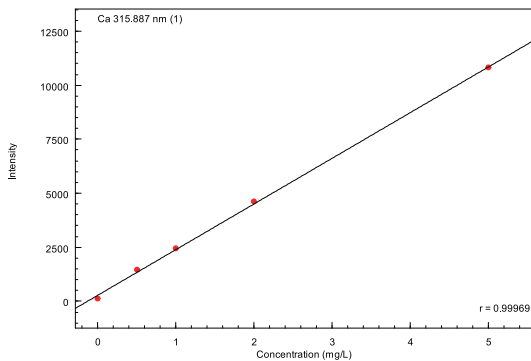
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0603205 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0042910 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0063665 定量下限(10σ) = 0.0212218

图1 Al元素的标准曲线



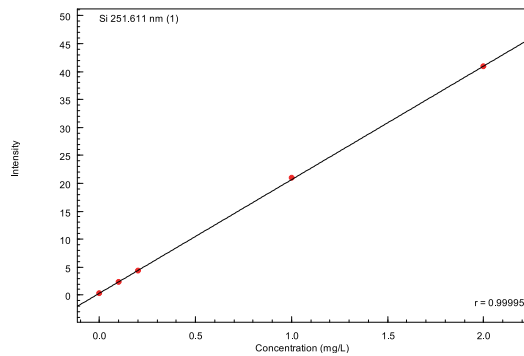
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0021658 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0051522 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0032420 定量下限(10σ) = 0.0108068

图2 Mg元素的标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 4.730853e-004 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.1419629 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0065609 定量下限(10σ) = 0.0218996

图3 Ca元素的标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0492302 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0202329 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0025628 定量下限(10σ) = 0.0085428

图4 Si元素的标准曲线

2.3 部分元素谱线轮廓

多元素同时分析时，因为发出的谱线数量非常多，所以谱线可能存在重叠（称为光谱干扰）。当样品中含多种组分并存在光谱干扰时，岛津 ICPsolution 软件具有独特的“最佳波长优化”功能，可根据各元素波长灵敏度及信噪比以及谱线间相互干扰情况，自动选择最佳波长。

Al 396.153 Best
条件1

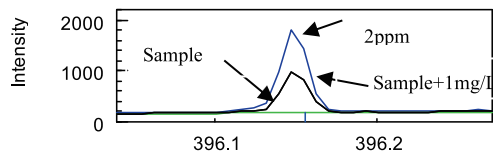


图5 Al元素谱峰轮廓图

Ca 315.887 Best
条件1

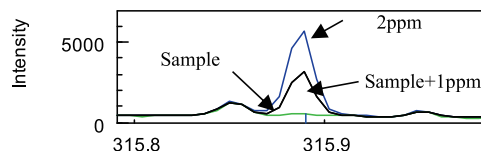


图6 Ca元素谱峰轮廓图

Mg 280.270 Best
条件1

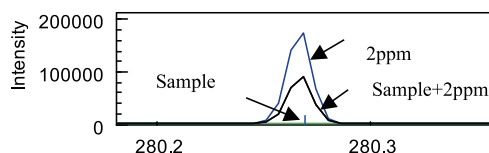


图7 Mg元素谱峰轮廓图

Si 251.611 Best
条件1

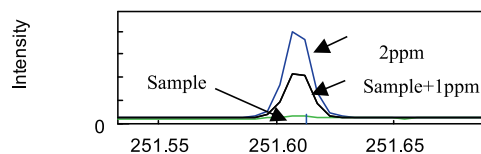


图8 Si元素谱峰轮廓图

2.4 样品分析及检出限

使用 ICPE-9820 直接测定灭菌水中 Al、Mg、Ca、Si 金属元素含量。对样品空白的分析元素进行 10 次测定，软件中设置 [显示定量下限，标准曲线自动计算各元素的检出限 (3σ)。实验结果见表 3。

表3 灭菌水分析结果及加标回收率实验

元素	方法检出限 (mg/L)	测定结果 (mg/L)	RSD (%)	加标值(mg/L)	加标后测定值 (mg/L)	回收率(%)
Al	0.0063	ND	--	0.20	0.206	103
Ca	0.0076	ND	--	1.00	0.951	95.1
Mg	0.0032	ND	--	0.20	0.202	101
Si	0.0026	0.05	6.28	0.20	0.248	97

注：ND表示未检出

结论

使用岛津公司 ICPE-9820 全谱直读型电感耦合等离子体发射光谱仪同时测定了灭菌水中 Al、Mg、Ca、Si 金属元素含量，加标回收率为 95~103%。该方法具有灵敏度高，检出限低，精密度高，分析速度快，操作简单，可行度高等特点，可满足药包材中多种金属元素同时分析的要求。