

ICPMS-2030 测定玻璃药包材中浸出金属元素含量

ICPMS-030

摘要：参考 YBB00172005-2015《药用玻璃砷、锑、铅、镉浸出量限度》，采用 4% 乙酸在 $98\pm 1^\circ\text{C}$ 浸泡药用玻璃 120 ± 2 min，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪直接测定了 4% 乙酸浸泡液中的 As、Ba、Cd、Cu、Pb、Sb 和 Se 7 种可迁移元素含量。实验结果表明，该方法具有分析速度快，操作简单，灵敏度高，检出限低 ($0.009\sim 0.315$ $\mu\text{g/L}$)，精密度好 ($\text{RSD}<5.5\%$)，加标回收率在 91~110% 之间，该方法可适用于药用玻璃包材中金属元素浸出量的测定。

关键词：药用玻璃 ICPMS-2030 迁移量

玻璃药包材化学稳定性高，耐药物腐蚀性，与药物相容性好。同时卫生安全，无毒无异味，吸收小，可回收利用成本低。YBB00172005-2015《药用玻璃砷、锑、铅、镉浸出量限度》中明确规定了元素测定金属元素的限度及相应的前处理方法，根据 YBB00372004-2015《砷、锑、铅、镉浸出量测定法》测试浸出元素，其中砷、锑采用紫外法，铅、镉采用原子吸收法。

ICPMS 测定快速、灵敏度高等优点备受测试者的青睐。本文采用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030，建立了玻璃药包材中溶出的砷、钡、镉、铜、铅、锑和硒的 ICP-MS 测定方法，该方法具有检出限低、灵敏度高、线性范围宽、基体效应小、准确度和精密度高、简便快捷、可同时多元素分析等优点。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿为塑料材质，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 HNO_3 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

根据 YBB00372004-2015 将玻璃药包材清洗干净，再用超纯水漂洗多次，放入干燥箱中干燥，取出后冷却至室温；并用 4% 醋酸溶液灌装至满口容量的 99%， $98\pm 1^\circ\text{C}$ 蒸煮 2 小时，冷却后取出，溶液即为供试品溶液。

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度： 5°C

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压： -21 V

碰撞气流速：6.0 mL/min

能量过滤器电压：7.0 V

结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

使用 4% 乙酸配制 As、Ba、Cd、Cu、Pb、Sb 和 Se 的标准溶液。配制浓度如表 1 所示。取适量内标单元素储备液或内标多元素储备液，用 2% 硝酸溶液配制成合适浓度的多元素内标使用液。采用在线内标添加法测试。

表1 7种金属元素标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度(μg/L)			
		STD1	STD2	STD3	STD4
As	75	0	1	2	10
Ba*	137	0	5	20	60
Cd*	114	0	1	5	10
Cu	65	0	1	5	10
Pb*	207	0	1	5	10
Sb	123	0	5	20	60
Se*	78	0	5	20	60

注：*为采用氦气碰撞模式

2.2 各元素标准曲线如下：

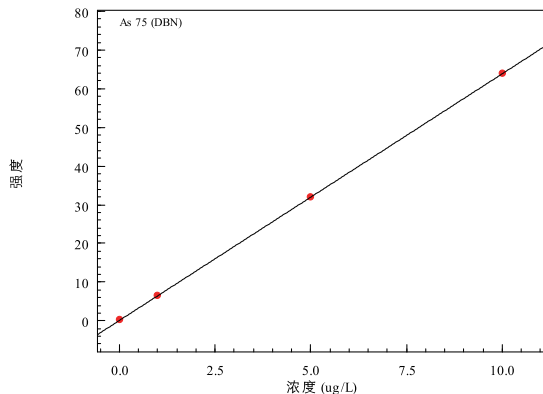


图1 As元素的标准曲线 $r=0.99999$

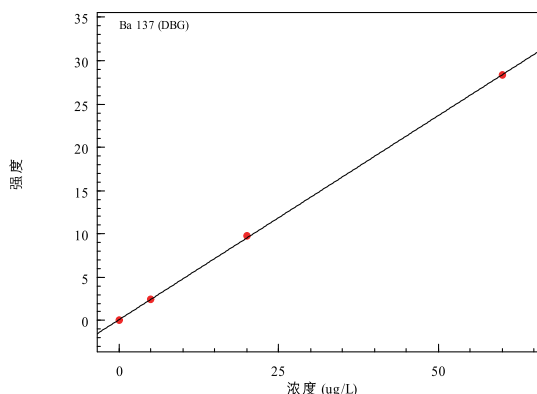


图2 Ba元素的标准曲线 $r=0.99995$

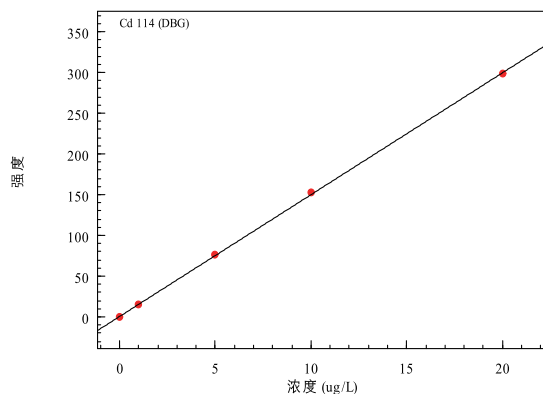


图3 Cd元素的标准曲线 $r=0.99995$

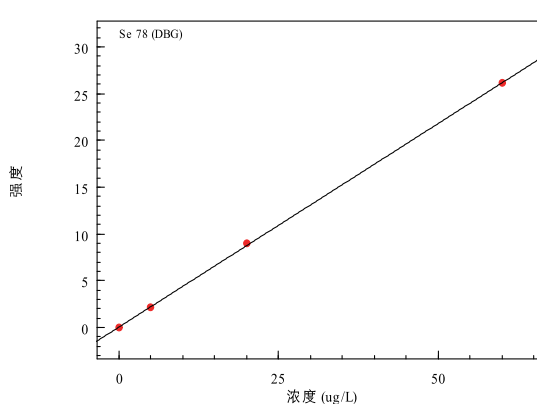


图4 Se元素的标准曲线 $r=0.99990$

2.3 部分元素质量轮廓图

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除多原子离子干扰、难熔氧化物干扰和双电荷离子干扰等。当分析结果异常，需要经验去识别甄选时，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素综合判断，对结果做出“Best”，“Good”和“NG”的判断，并给出相应的诊断依据，可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

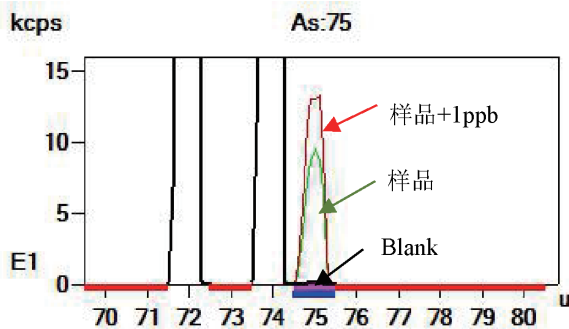


图5 As元素质量轮廓图

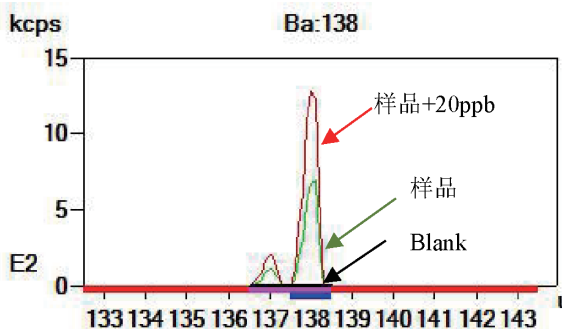


图6 Ba元素质量轮廓图

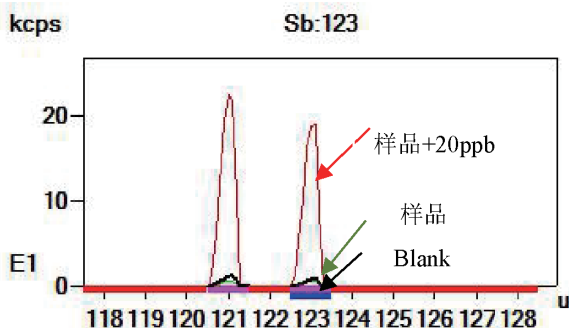


图7 Sb元素质量轮廓图

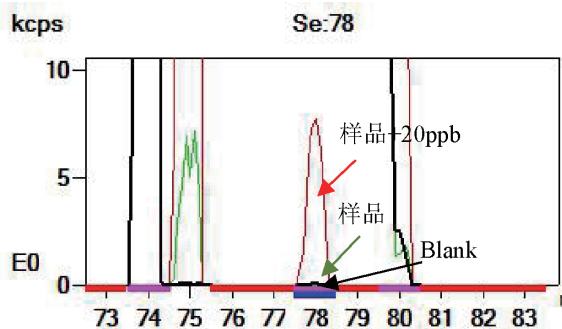


图8 Se元素质量轮廓图

2.4 样品分析及检出限

使用 ICPMS-2030 测定了玻璃药包材料中的 7 种可迁移元素的含量。同时对样品空白进行 11 次测定，计算各元素的方法检出限。同时进行试验，计算回收率，实验结果见表 2。

表2 玻璃药包材料可迁移元素分析结果

元素	校正内标	方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(%) (n=3)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标后测 定结果	回收率 (%)
^{75}As	^{72}Ge	0.012	1.72	5.32	1.00	2.82	110
^{137}Ba	^{115}In	0.097	24.2	3.05	20	44.8	104
^{114}Cd	^{115}In	0.009	ND	--	1.00	1.05	105
^{65}Cu	^{72}Ge	0.025	ND	--	1.00	1.04	104
^{207}Pb	^{209}Bi	0.021	0.24	0.94	1.00	1.14	91
^{123}Sb	^{72}Ge	0.315	ND	--	20.00	20.4	102
^{78}Se	^{72}Ge	0.278	ND	--	20.00	20.40	102

注：1、ND：未检出

■ 结论

参考 YBB00172005-2015《药用玻璃砷、锑、铅、镉浸出量限度》，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪直接测定了 4% 乙酸浸泡液中的砷、钡、镉、铜、铅、锑、硒等 7 种可迁移元素含量。实验结果表明，该方法具有分析速度快，操作简单，灵敏度高，检出限低 (0.009~0.315 $\mu\text{g/L}$)，精密度好 (RSD<5.5%)，加标回收率在 91~110% 之间，该方法可适用于药用玻璃中金属元素迁移量的测定。