

ICPMS-2030 快速测定复方氨基酸注射液包材浸出液中多元素的含量

ICPMS-045

摘要：参考《化学药品注射剂与辅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》，使用岛津公司最新 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪同时测定复方氨基酸注射液包材浸出液中 Al、Mg、Ca、Si、Cd、Pb、Zn 等多元素含量，并通过加标回收率实验对方法进行验证。实验结果表明，该方法操作简单，定量准确，可满足复方氨基酸注射液包材浸出液中金属元素的含量分析。

关键词：药包材 浸出液 ICPMS-2030 金属元素

复方氨基酸注射液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。复方氨基酸注射液采用玻璃容器保存且具有塑料瓶塞，除常规元素 Al、Mg、Ca、Si 外，通常还增加分析 Cd、Pb、Zn 等元素。

ICP-MS 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《化学药品注射剂与辅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》，使用岛津公司最新 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪同时测定复方氨基酸注射液包材浸出液中 Al、Mg、Ca、Si、Cd、Pb 等金属元素含量。

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；实验用硝酸为优级纯硝酸；实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品处理

复方氨基酸注射液在储液瓶中常温保存 2 年，取复方氨基酸注射液 1 mL 于容量瓶，使用 1% 硝酸定容至 100 mL，待测。

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℃

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 1% 硝酸配制各元素的混合标准溶液，标准溶液浓度见表 1。使用在线内标组件，内标元素 Sc、Ge、In、Bi 浓度均为 200 $\mu\text{g/L}$ 。

表1 标准溶液浓度及分析元素质量数

分析元素	内标元素	标准曲线浓度($\mu\text{g/L}$)			
		STD1	STD2	STD3	STD4
Al*	^{45}Sc	0	5	10	25
As*	^{72}Ge	0	0.2	1	5
B	^{45}Sc	0	2	10	50
Ca*	^{45}Sc	0	50	250	500
Cd*	^{115}In	0	0.2	1	5
Mg	^{45}Sc	0	1	5	10
Pb*	^{209}Bi	0	0.2	1	5
Sb*	^{115}In	0	2	4	8
Si	^{45}Sc	0	10	50	250
Ti*	^{45}Sc	0	0.2	1	5
Zn*	^{72}Ge	0	1	5	10

注：*表示使用氦气碰撞模式

2.2 部分元素标准曲线如下：

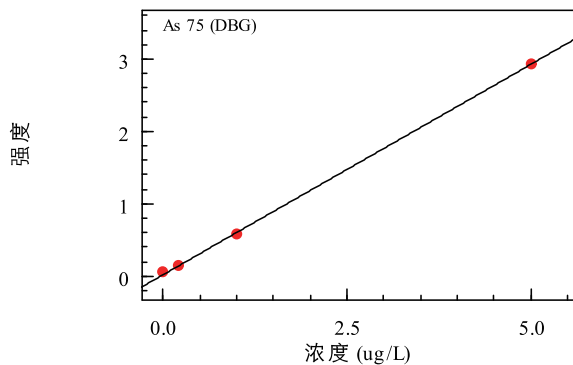


图1 As元素的标准曲线 $r=0.99991$

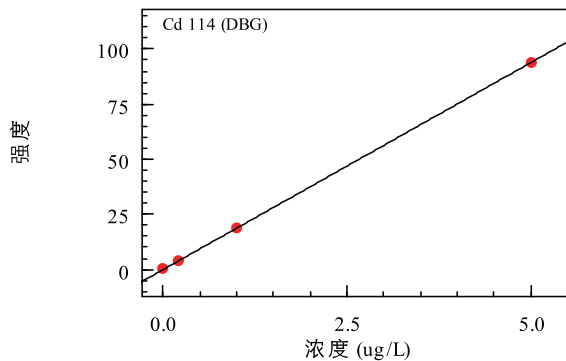


图2 Cd元素的标准曲线 $r=1.0000$

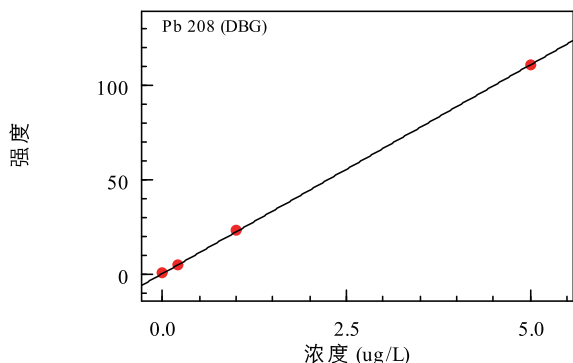


图3 Pb元素的标准曲线 $r=0.99999$

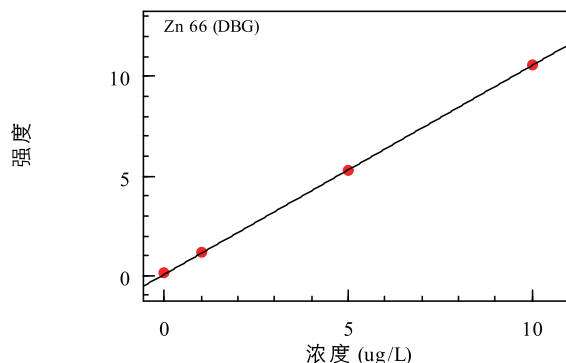


图4 Zn元素的标准曲线 $r=0.99997$

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，可以有效地消除多种干扰。当分析结果异常，需要经验去识别甄别时，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。

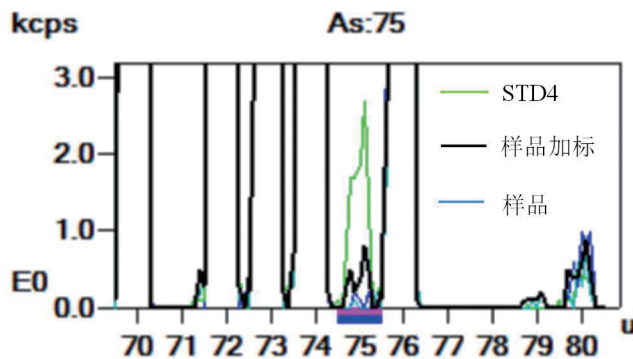


图5 As的谱峰轮廓图

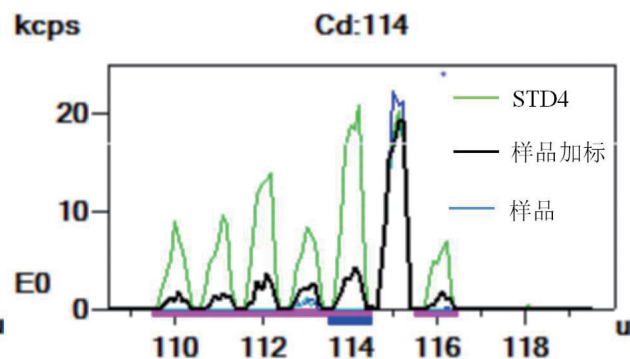


图6 Cd的谱峰轮廓图

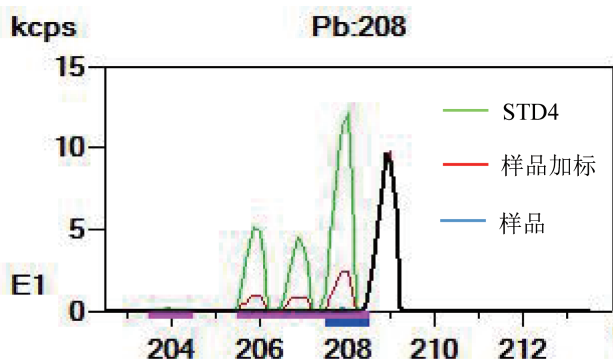


图7 Pb的谱峰轮廓图

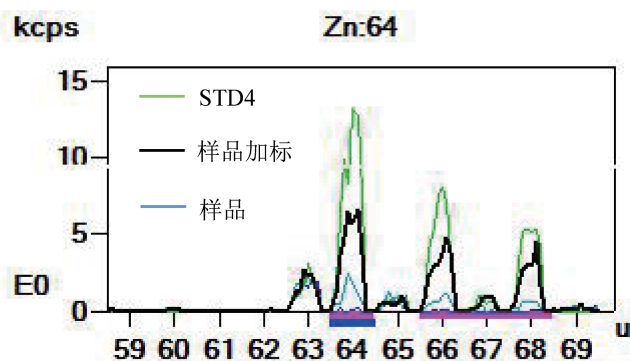


图8 Zn的谱峰轮廓图

2.4 样品分析结果

使用 ICPMS-2030 测定了复方氨基酸注射液样品中多种金属元素的含量，并进行加标回收实验。实验结果见表 2。从分析结果可以看出，该分析方法具有较高的准确度。

表2 复方氨基酸注射液包材浸出液分析结果

分析元素	测定值 (μg/L)	RSD (n=3) (%)	样品含量 (μg/L)	加标浓度 (μg/L)	测定值 (μg/L)	加标回收率 (%)
Al	ND	--	--	10.0	10.0	100
As	ND	--	--	1.00	1.09	109
B	ND	--	--	50.0	54.3	109
Ca	ND	--	--	250	259	104
Cd	ND	--	--	1.00	1.03	103
Mg	1.64	2.81	164	5.00	6.26	92
Pb	0.04	7.41	4.0	1.00	1.02	98
Sb	0.12	3.24	12	2.00	1.95	92
Si	38.7	3.44	3870	50.0	86.5	96
Ti	ND	--	--	1.00	1.08	108
Zn	1.34	3.03	134	5.00	6.10	95

注：ND表示未检出

■ 结论

使用岛津公司新品 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪，测定了复方氨基酸注射液包材浸出液中多种金属元素的含量。实验结果表明，各元素线性关系良好， $r > 0.9994$ ，加标回收率均在 92%~109% 之间，满足分析要求。该方法操作简单快速，精密度和准确度高，可满足复方氨基酸注射液包材浸出液中多种金属元素成分分析的要求。