

# 利用 ICPMS-2030LF 测定氯化钠注射液中重金属元素含量

## ICPMS-147

**摘要：**本文以含 20  $\mu\text{g/L}$  Au 元素的 2%  $\text{HNO}_3$  稀释样品，使用电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 对氯化钠注射液中重金属元素含量进行了测试。该方法操作简单，分析速度快，灵敏度高，可以对多元素含量进行同时测定。各元素 0.5 倍限值浓度加标回收率在 82~109% 之间，满足 70~150% 的回收率要求，各元素连续 6 次限值浓度加标样品测定结果 RSD 小于 3.5%。

**关键词：**ICPMS-2030LF 氯化钠注射液 重金属

氯化钠注射液即日常生活中所说的生理盐水，如果人体内的盐含量不平衡的话，就有可能使人体的细胞渗透压达不到平衡，导致人体失水过多，或者细胞吸收过量的水肿破裂，因此在患者的治疗过程中，为保证病人的细胞渗透压平衡，应用非常广泛。因其使用广泛且单日使用量远大于其他药物，ICH（人用药品技术要求国际协调理事会）在元素杂质限度方面规定其按照日摄入量 2 L 进行限度考察。并规定注射剂

需要进行风险评估的元素为 1 类、2A 类及部分 3 类元素。鉴于日摄入量限度大，氯化钠注射液中的杂质含量限度极大降低，同时氯化钠注射液的 NaCl 含量达到 0.9%，对测定仪器的耐盐性和灵敏度都有较高要求。

本文采用直接稀释法处理氯化钠注射液，使用岛津 ICPMS-2030 LF 电感耦合等离子体质谱仪测定了氯化钠注射液中重金属元素的含量，验证了岛津 ICP-MS 产品在氯化钠注射液中重金属元素测定中的适用性。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPMS – 2030 LF 电感耦合等离子体质谱仪。

### 1.2 仪器参数

ICP-MS 仪器分析条件见表 1。

表 1 ICP-MS 分析条件

| 参数    | 参数设定       | 参数      | 参数设定       |
|-------|------------|---------|------------|
| 高频功率  | 1.20 kW    | 等离子体气流速 | 9.0 L/min  |
| 辅助气流速 | 1.10 L/min | 载气流速    | 0.70 L/min |
| 炬管类型  | Mini 炬管    | 雾化器     | 同心雾化器      |
| 雾化室   | 旋流         | 雾化室温度   | 5°C        |
| 采样深度  | 5.0 mm     | 高频频率    | 27.12 MHz  |
| 碰撞气体  | He         | 碰撞气流速   | 6 mL/min   |
| 池电压   | -21 V      | 能量过滤器电压 | 7.0 V      |

### 1.3 样品前处理

准确移取 20 mL 氯化钠注射液于 100 mL 容量瓶中，使用含 20  $\mu\text{g/L}$  Au 元素的 2% 的  $\text{HNO}_3$  (V/V) 定容至刻度线，摇匀待测，同法制备样品空白溶液。

## ■ 结果与结论

### 2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为含 20 µg/L Au 元素的 2% (V/V) HNO<sub>3</sub> 的混合系列标准溶液于 50 mL 容量瓶中，配制溶液浓度如表 3 所示。内标元素 <sup>45</sup>Sc、<sup>72</sup>Ge 浓度为 500 µg/L，<sup>115</sup>In、<sup>209</sup>Pb 浓度为 100 µg/L，采用内标组件在线添加。

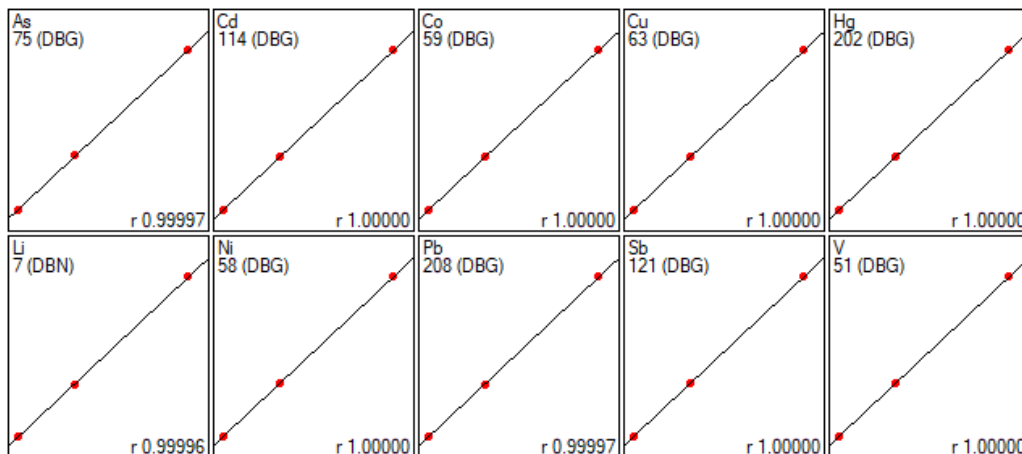
表 2 元素限度信息

| 元素 | 分类 | 日允许暴露量<br>(µg/天) | 样品中元素杂质允许<br>浓度 (µg/L) | 待测样品中元素允许<br>浓度 (µg/L) |
|----|----|------------------|------------------------|------------------------|
| Cd | 1  | 2                | 1                      | 0.2                    |
| Pb | 1  | 5                | 2.5                    | 0.5                    |
| As | 1  | 15               | 7.5                    | 1.5                    |
| Hg | 1  | 3                | 1.5                    | 0.3                    |
| Co | 2A | 5                | 2.5                    | 0.5                    |
| V  | 2A | 10               | 5                      | 1                      |
| Ni | 2A | 20               | 10                     | 2                      |
| Li | 3  | 250              | 125                    | 25                     |
| Sb | 3  | 90               | 45                     | 9                      |
| Cu | 3  | 300              | 150                    | 30                     |

表 3 标准溶液浓度及分析质量数

| 元素 | 质量数 (amu) | 内标                | 标准曲线浓度 (µg/L) |      |      |
|----|-----------|-------------------|---------------|------|------|
|    |           |                   | STD1          | STD2 | STD3 |
| Cd | 114       | <sup>115</sup> In | 0.00          | 0.10 | 0.30 |
| Pb | 208       | <sup>209</sup> Pb | 0.00          | 0.25 | 0.75 |
| As | 75        | <sup>45</sup> Sc  | 0.00          | 0.75 | 2.25 |
| Hg | 202       | <sup>209</sup> Pb | 0.00          | 0.15 | 0.45 |
| Co | 59        | <sup>72</sup> Ge  | 0.00          | 0.25 | 0.75 |
| V  | 51        | <sup>45</sup> Sc  | 0.00          | 0.50 | 1.50 |
| Ni | 58        | <sup>45</sup> Sc  | 0.00          | 1.00 | 3.00 |
| Li | 7         | <sup>45</sup> Sc  | 0.00          | 12.5 | 37.5 |
| Sb | 121       | <sup>115</sup> In | 0.00          | 4.50 | 13.5 |
| Cu | 63        | <sup>72</sup> Ge  | 0.00          | 15.0 | 45.0 |

## 2.2 元素标准曲线



## 2.3 样品测定结果及加标回收率

上机测定样品含量，并进行 0.5 倍限值浓度的加标回收试验，结果见表 4。

表 4 样品测定结果及加标回收率

| 元素 | 测定结果<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 加标浓度<br>( $\mu\text{g/L}$ ) | 加标后测定<br>结果 ( $\mu\text{g/L}$ ) | 加标回收率<br>(%) |
|----|-----------------------------|-----------------------------|---------------------------------|--------------|
| Cd | 0.003                       | 0.10                        | 0.096                           | 93.0         |
| Pb | 0.035                       | 0.25                        | 0.290                           | 102.0        |
| As | 0.014                       | 0.75                        | 0.732                           | 95.7         |
| Hg | 0.070                       | 0.15                        | 0.209                           | 92.7         |
| Co | 0.002                       | 0.25                        | 0.233                           | 92.4         |
| V  | 0.017                       | 0.50                        | 0.467                           | 90.0         |
| Ni | 0.109                       | 1.00                        | 1.05                            | 94.1         |
| Li | 0.146                       | 12.5                        | 13.7                            | 108.4        |
| Sb | 1.56                        | 4.50                        | 5.26                            | 82.2         |
| Cu | 0.401                       | 15.0                        | 13.3                            | 86.0         |

## 2.4 精密度考察

配制 6 份 0.5 倍各元素限值浓度的加标样品，连续测定后计算测定结果的 RSD (%)，结果见表 5。

表 5 各元素测定结果精密度 (n=6)

| 元素 | 测定结果精密度 RSD (%) |
|----|-----------------|
| Cd | 3.4             |
| Pb | 1.1             |
| As | 2.8             |
| Hg | 2.9             |
| Co | 2.2             |
| V  | 2.5             |
| Ni | 2.0             |
| Li | 1.4             |
| Sb | 1.4             |
| Cu | 1.4             |

## 2.5 稳定性考察

制 1 份 0.5 倍各元素限值浓度的加标样品，使用自动进样器连续测定 4 小时后计算测定结果的 RSD (%)，并对回收率的变化进行考察，结果见表 6。

表 6 各元素 4 小时稳定性考察结果

| 元素 | 测定结果精密度<br>RSD (%，n=74) | 加标回收率最小值<br>(%) | 加标回收率最大值<br>(%) |
|----|-------------------------|-----------------|-----------------|
| Cd | 5.2                     | 80.4            | 105.0           |
| Pb | 1.8                     | 108.8           | 118.0           |
| As | 5.6                     | 95.2            | 123.7           |
| Hg | 6.3                     | 117.3           | 164.0           |
| Co | 3.3                     | 80.0            | 96.4            |
| V  | 2.8                     | 89.6            | 102.6           |
| Ni | 2.6                     | 94.7            | 107.0           |
| Li | 3.2                     | 98.4            | 116.0           |
| Sb | 3.8                     | 113.1           | 136.9           |
| Cu | 1.8                     | 82.7            | 90.0            |

测定结果表明，相比于连续 6 次分析的结果，连续 4 小时分析结果的稳定性均有所降低，除汞外，RSD(%) 小于 5.2%，回收率在 80.4~136.9% 之间，满足回收率要求。汞连续 4 小时分析结果的 RSD(%) 为 6.3%，回收率在 117.3~164.0 之间，已不满足回收率要求，可能是由于低浓度汞在进样系统的残留造成的，在实际样品的分析过程中，由于样品中汞检出更少，记忆效应将不会明显影响测试结果。

## ■ 结论

本文采用直接稀释法处理氯化钠注射液，使用岛津 ICPMS-2030 LF 电感耦合等离子体质谱仪测定了氯化钠注射液中重金属元素的含量，验证了岛津 ICP-MS 产品在氯化钠注射液中重金属元素测定中的适用性。各元素 0.5 倍限值浓度加标回收率在 82~109% 之间，满足 70~150% 的回收率要求，各元素连续 6 次 0.5 倍限值浓度加标样品测定结果 RSD 小于 3.5%。4 小时稳定性结果表明，可以满足长期分析的需求。

岛津应用云

