

ICP-MS 测定中链甘油三酸脂中杂质元素含量

ICPMS-169

摘要：本文参考 2020 版《中国药典》，建立了采用微波消解处理样品，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定中链甘油三酸脂中 Cr、Cu、Pb、Ni、Sn 杂质元素含量的方法。实验结果表明，该方法各元素标准曲线线性良好 ($r > 0.9997$)，限值浓度加标回收率在 98.0%~103.0% 之间，测定结果准确，满足测试需求，适用于中链甘油三酸脂中杂质元素含量的测定。

关键词：ICP-MS 中链甘油三酸酯 杂质元素

中链甘油三酸酯是由椰子胚乳的坚硬干燥部分或油棕胚乳的干燥部分提取的脂肪油分离出的辛酸 ($C_8H_{16}O_2$)、癸酸 ($C_{10}H_{20}O_2$) 等饱和脂肪酸，与甘油酯化而得的甘油三酯混合物。在食品行业已有广泛应用，2020 版《中国药典》将其收录到辅料中，并规定其在注射剂中使用时，杂质元素中铬不超过 0.000005%，铜、铅、镍、锡均不超过 0.00001%，电

感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 法为第一测试方法也是仲裁方法。

本文参考 2020 版《中国药典》，采用微波消解处理样品，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了中链甘油三酸脂中 Cr、Cu、Pb、Ni、Sn 杂质元素含量。该方法测定快速、准确，灵敏度高，满足中注射用链甘油三酸脂元素杂质含量测试要求。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均用硝酸溶液 (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 样品前处理

称取样品 100 mg，置 5 mL 聚四氟乙烯试管中，加入 0.75 mL HNO_3 后旋紧试管盖（有开孔）。将聚四氟乙烯试管放入装有 20 mL 水的微波消解罐中，进行微波消解程序。待微波消解程序结束，取出聚四氟乙烯试管，将试管内液体转移并纯水定容至 10 mL，即为待测样品。同法制备样品空白并进行限值浓度加标实验。

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

碰撞池参数：

池气体类型：He

池气体流量：6 mL/min

等离子体气流速：9.0 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

池电压：-21 V

能量过滤器：7 V

■ 结果与讨论

2.1 校准曲线溶液配制

使用 2% 硝酸配制系列混合标准溶液，标准溶液浓度见表 1。配制 Bi、Ge、In、Sc 混合内标溶液，采用在线内标组件加入。

表 1 标准溶液浓度

元素	浓度 (μg/L)			
	STD1	STD2	STD3	STD4
Cr	0.00	0.25	0.50	1.00
Cu	0.00	0.50	1.00	2.00
Pb	0.00	0.50	1.00	2.00
Ni	0.00	0.50	1.00	2.00
Sn	0.00	0.50	1.00	2.00

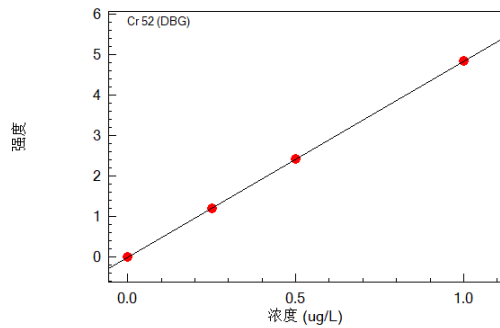


图 1 Cr 元素的标准曲线 $r=0.99999$

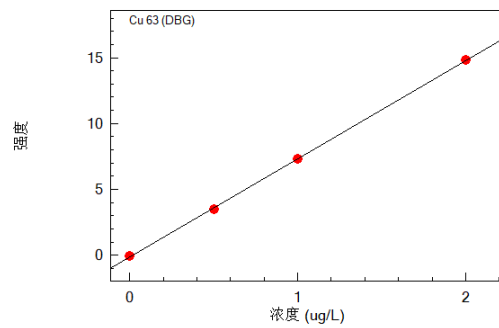


图 2 Cu 元素的标准曲线 $r=0.99993$

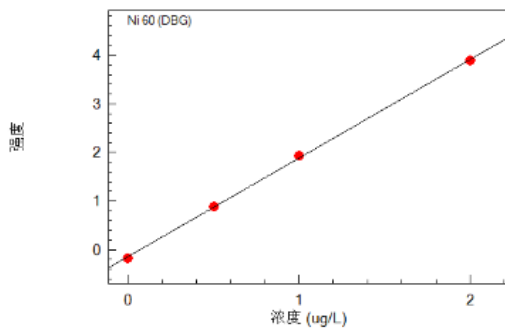


图 3 Ni 元素的标准曲线 $r=0.99977$

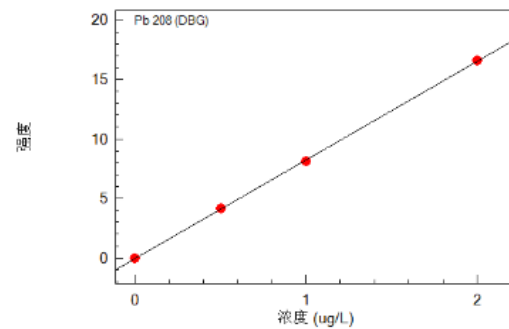


图 4 Pb 元素的标准曲线 $r=0.99994$

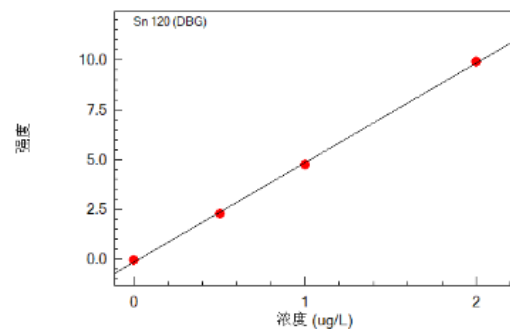


图 5 Sn 元素的标准曲线 $r=0.99975$

2.2 检出限

按照实验方法对样品空白进行 11 次测定，计算各元素的仪器检出限，按照称样量 100 mg，定容体积 10 mL 计算，得到方法检出限及定量限，结果见表 1。结果显示，各元素定量限均小于《中国药典》规定的元素限值。

表 2 检出限结果

元素	内标	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)	元素限值 (mg/kg)
^{52}Cr	^{45}Sc	0.004	0.0004	0.0012	0.05
^{63}Cu	^{72}Ge	0.05	0.005	0.015	0.10
^{60}Ni	^{45}Sc	0.07	0.007	0.021	0.10
^{208}Pb	^{209}Bi	0.001	0.0001	0.0003	0.10
^{120}Sn	^{115}In	0.005	0.0005	0.0015	0.10

2.3 样品分析及加标回收率

样品及限值浓度加标样品测定结果见表 3，各元素加标回收率在 98.0~103.0 之间。

表 3 样品测定结果及加标回收结果

元素	分析结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标后测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(n=3) (%)	加标回收率 (%)
^{52}Cr	0.11	0.010	0.5	0.62	0.25	102.0
^{63}Cu	N.D.	<0.015	1.0	1.03	0.47	103.0
^{60}Ni	N.D.	<0.021	1.0	1.03	1.65	103.0
^{208}Pb	0.01	0.001	1.0	0.99	0.17	98.0
^{120}Sn	0.03	0.003	1.0	1.03	0.96	100.0

注：N.D. 表示未检出。

■ 结论

本文参考 2020 版《中国药典》四部辅料中链甘油三酸酯的相关内容，建立了采用微波消解处理样品，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定中链甘油三酸酯中 Cr、Cu、Pb、Ni、Sn 杂质元素含量的方法。实验结果表明，该方法各元素标准曲线线性良好 ($r > 0.9997$)，方法检出限均明显低于《中国药典》规定的元素限值，限值浓度加标回收率在 98.0%~103.0% 之间，测定结果准确，满足测试需求，适用于中链甘油三酸酯中杂质元素含量的测定。

岛津应用云

