

ICP-MS 测定预灌封注射器中钨的溶出量

ICPMS-209

摘要: 本文参考参照中国药典 2020 版通则 4226《预灌封注射器钨溶出量测定法》(征求意见稿) 和 ISO 标准《Glass syringes-Determination of extractable tungsten》(ISO 3749:2022), 分别用超纯水和 0.01 mol/L 氢氧化钠浸提相应预灌封注射器, 使用电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 测定溶出钨的含量, 该方法操作简单, 准确度高, 适用于预灌封注射器中钨的残留测定。

关键词: ICP-OES 预灌封注射器 钨溶出

技术特点:

- ❖ ICPMS-2030 系列采用微型炬管、Eco 模式和工业氦气, 大幅度减少实验室的运行成本。
- ❖ 使用 0.01 mol/L 氢氧化钠作为清洗液, 降低记忆效应对结果的影响。

预灌封注射器具有使用便捷、避免污染和剂量准确等优点, 将药品预灌封注射器中, 剂量准确、标识清晰, 可减少潜在医疗事故的发生。玻璃预灌封注射器通常由玻璃管通过热成型工艺生产, 其中一个重要步骤是锥体通道的形成, 通常使用一个由耐高温材料制成的细针打通, 如钨针。金属钨在 400°C 时会被氧化为氧化钨, 在 800°C 时, 氧化钨会发生升华。预灌封注射器加工过程中, 使用钨针的情况下, 高温环境可能导致玻璃套筒内表面形成钨的残留。近年来, 国内外陆续报道多起预灌封注射器导致的质量事故, 例如预灌封注射器中残留的钨引起蛋白质聚集。因此, 考察玻璃预灌封注射器中的钨溶出量是非常有必要的。

ISO 标准《Glass syringes-Determination of extractable tungsten》(ISO 3749:2022) 规定了玻璃预灌封注射器中水溶性钨的测定, 考虑到预灌封注射器

与药液长期接触, 并且接触的药液性质不局限于纯水, 还包括酸性缓冲液、碱性缓冲液等。因此, 水浸提能不能反映某些情况下钨的实际溶出量。通则 4226《预灌封注射器钨溶出量测定法》(征求意见稿) 新增 0.01mol/L 氢氧化钠溶液浸提法作为第二法, 以考察不同情况下钨的溶出情况。

本文参考参照 ISO 标准《Glass syringes-Determination of extractable tungsten》(ISO 3749:2022) 和中国药典 2020 版通则 4226《预灌封注射器钨溶出量测定法》(征求意见稿), 分别用超纯水和 0.01mol/L 氢氧化钠溶液浸提相应的预灌封注射器, 使用电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 测定相应样品中溶出钨的含量, 该方法操作简单, 准确度高, 适合于预灌封注射器中钨的残留测定。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1 所示。

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
采样锥	铜锥	截取锥	镍锥
采样深度	6.0 mm	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		

■ 样品前处理

第一法浸提：将预灌封注射器吸入纯水至公称容量（5 mL），注意不要吸入空气，垂直（尖端朝下）放置在架子上，置于 75°C ±5°C 的超声波水浴中，在 45 kHz，功率为 20 W/L 条件下，浸提 1 小时。取出，将浸提液转移至样品管中，合并冲洗液至同一样品管中，重复操作两次，完成第一次浸提。重复以上操作，进行第二次浸提，合并浸提液，即得供试品溶液。

第二法浸提：以“0.01 mol/L 氢氧化钠溶液”为浸提介质和冲洗液，以“121°C ±2°C（高压蒸汽灭菌器），提取 1 小时”为浸提条件，照第一法操作进行浸提，制备供试品溶液。用 0.01 mol/L 氢氧化钠溶液稀释 5 倍后摇匀，待测。

■ 结果与讨论

3.1 标液曲线

分别使用超纯水和 0.01 mol/L 氢氧化钠溶液配制钨元素标准曲线，其中超纯水配制的标准溶液浓度分别为 0 μg/L、0.5 μg/L、1 μg/L、2 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L；0.01 mol/L 氢氧化钠溶液配制的标准溶液浓度分别为 0 μg/L、0.5 μg/L、1 μg/L、2 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L。钨元素的标准曲线见图 2、图 3，相关系数分别为 0.99996 和 0.99997。

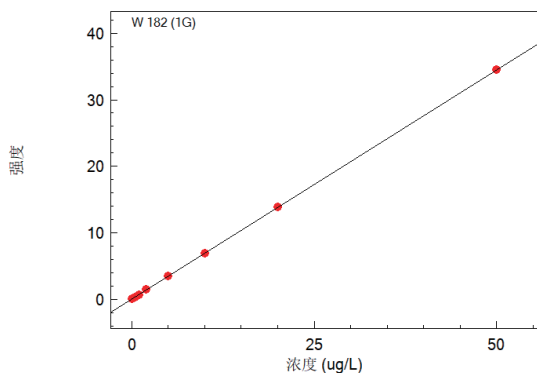


图 2 超纯水基体钨元素标准曲线

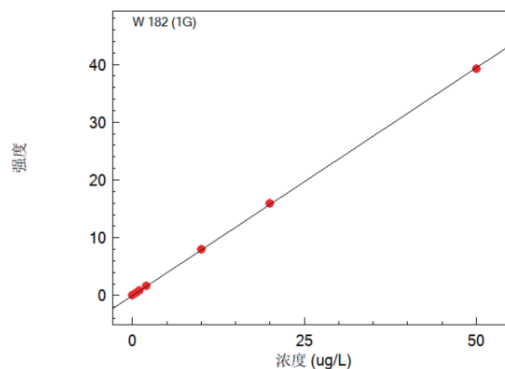


图 3 NaOH 基体钨元素标准曲线

3.2 检出限考察

使用样品空白溶液测定 11 次，分别以浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差（SD）计算检出限和定量限。结果见下表 2 所示。

表 2 检出限

元素	方法	检出限 (μg/L)	定量限 (μg/L)
W	第一法	0.005	0.017
	第二法	0.004	0.013

3.3 样品分析结果

依次分析水基体的标准曲线和对应的浸提样品，并做加标回收试验；分析 0.01 mol/L 氢氧化钠基体的标准曲线和对应的浸提样品，并做加标回收试验。分析结果见表 3、4 所示。测定过程中采用 0.01 mol/L 氢氧化钠溶液作为清洗液；采用 250 μg/L 的 Bi 溶液作为内标，通过内标组件在线添加。

表 3 超纯水浸提结果

样品	超纯水浸提				
	测定结果 (μg/L)	RSD(%) (n=3)	加标量 (μg/L)	加标后结果 (μg/L)	加标回收率 (%)
样品1	3.50	2.22	10.0	13.7	102
样品2	8.11	3.40	10.0	17.6	94.9

表 4 0.01mol/L 氢氧化钠浸提结果

样品	0.01mol/L 氢氧化钠浸提						
	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(%) (n=3)	稀释 倍数	样品含量 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标后结果 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)
样品3	15.4	3.09	5	77.0	10.0	26.3	109
样品4	12.3	4.93	5	61.5	10.0	22.0	97.0

■ 结论

分别用超纯水和 0.01 mol/L 氢氧化钠浸提相应的预灌封注射器，使用电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 测定溶出钨的含量。该方法检出限低，灵敏度高，准确度高，操作简便快捷，适合预灌封注射器溶出钨的测试。

岛津应用云

