

# ICP-MS 法测定外科植入物催化剂的残留量

ICPMS-205

**摘要：** 聚氨酯类外科植入物以其卓越的生物稳定性和生物相容性而被广泛应用。聚氨酯类物质的合成反应过程中经常使用异辛酸亚锡作为催化剂，从而导致聚氨酯类物质中可能存在催化剂残留。YY/T 0661-2017《外科植入物 半结晶型聚丙烯交酯聚合物和共聚物树脂》中要求关注催化剂残留量，快速准确的测定聚氨酯类物质中的异辛酸亚锡催化剂残留量非常重要。本文使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列建立了聚氨酯类外科植入物中催化加残留量的测试方法。

**关键词：** ICP-MS 外科植入物 催化剂

## 技术特点：

- ❖ 采用微波消解处理样品，不易污染，测试精密度、准确度高。
- ❖ 采用 ICP-MS 分析，仪器灵敏度高，样品中催化剂残留量也能得到准确的分析结果。

异辛酸亚锡 ( $C_{32}H_{60}O_8Sn$ ) 可作为聚氨酯催化剂，在聚氨酯类物质的合成中起到高效催化的作用。聚合物树脂是常见的外科植入物材料，为控制可能的催化剂残留量，YY/T 0661-2017《外科植入物 半结晶型聚丙烯交酯聚合物和共聚物树脂》中要求，根据需要选择测定催化剂残留量。

光谱学等方法，电感耦合等离子体质谱仪，具有检出限低的特点，可适用于分析聚酯类外科植入物样品中异辛酸亚锡残留量分析。

使用微波消解处理样品后采用 ICP-MS 进行测试，该方法前处理简单，准确度高，适合于外科植入物催化剂残留量的分析。

相比于原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射

## 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		

### 1.3 样品前处理

切取块状样品约 50 mg，称重后转移至微波消解内罐，添加 5 mL 硝酸、1 mL 盐酸后执行微波消解程序，冷却至室温后转移并定容至 50 mL 容量瓶，纯水定容至刻度。同法处理样品空白。测试时根据需要使用 1% 硝酸适当稀释样品后测试，本次样品稀释 10 倍后测试，为验证仪器测试结果的准确性，对一份样品进行不同浓度的加标验证。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准曲线

使用 1% 硝酸稀释浓度为 0  $\mu\text{g/L}$ 、25  $\mu\text{g/L}$ 、50  $\mu\text{g/L}$ 、75  $\mu\text{g/L}$ 、100  $\mu\text{g/L}$  的锡元素标准液。配制 1000  $\mu\text{g/L}$  Rh 元素标准溶液作为内标溶液，内标溶液采用内标组件在线加入。锡元素的标准曲线见图 1，相关系数  $r=0.99995$ 。

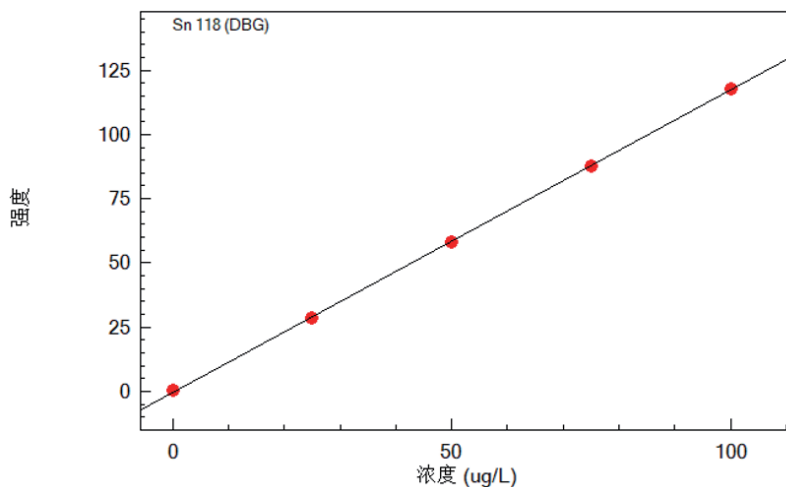


图 1 锡元素标准曲线

### 2.2 检出限考察

软件根据空白稳定性及元素灵敏度可自动计算仪器检出限和定量限。以称取样品 50 mg、定容至 50 mL、稀释 10 倍后分析样品，计算方法检出限和定量限（以锡计），结果见下表 2 所示。

表 2 检出限

元素	质量数	内标	仪器检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	仪器定量限 ( $\mu\text{g/L}$ )	仪器定量限 ( $\mu\text{g/L}$ )	方法定量限 ( $\text{mg/kg}$ )
Sn	118	$^{103}\text{Rh}$	0.001	0.004	0.01	0.04

### 2.3 样品分析结果

对样品平行处理两份后进行测定，样品锡元素含量的分析结果见表 3 所示。

表 3 样品分析结果

样品	称样量 (mg)	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品锡含量 ( $\text{mg/kg}$ )	RSD (% , n=3)
平行样 1	52.0	48.0	461	1.53
平行样 2	59.7	53.9	452	1.62

### 2.4 准确度和稳定性考察

对平行样 1 进行不同浓度的加标测试考察仪器测试准确性，结果见表 4。

表 4 加标样品分析结果

样品	加标浓度 1			加标浓度 2		
	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率 (%)	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率 (%)
平行样 1	25.0	73.5	102	50.0	101	106

对平行样 1 连续测定 6 次考察仪器稳定性，结果见表 5。

表 5 稳定性分析结果

样品	连续测定结果 (µg/L)						RSD(%)
	第一次	第二次	第三次	第四次	第五次	第六次	
平行样 1	48.2	48.4	48.3	48.1	48.2	48.0	0.30

## ■ 结论

采用微波消解处理聚酯类外科植入物样品，使用 ICPMS-2030 系列建立了测试样品中异辛酸亚锡催化剂残留量的测试方法。该方法检出限低，方法定量限为 0.04 mg/kg；准确度高，回收率在 102%~106%；稳定性好，连续 6 次重复测试结果 RSD 为 0.30%。该方法适合外科植入物中催化剂残留量的测试。

岛津应用云

