

ICP-MS 测定外科植入物用超高分子量聚乙烯中铝和钙含量

ICPMS-180

摘要：参考标准 YY/T 1507.3-2016 《外科植入物用超高分子量聚乙烯粉料中杂质元素的测定 第3部分：ICP-MS 法测定钙（Ca）元素含量》和 YY/T 1507.4-2016 《外科植入物用超高分子量聚乙烯粉料中杂质元素的测定 第4部分：ICP-MS 法测定铝（Al）元素含量》，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了外科植入物用超高分子量聚乙烯中杂质元素 Al 和 Ca 的含量。分析结果表明：Al 和 Ca 元素的标准曲线相关系数 r 分别为 0.99999 和 0.99998，方法检出限分别为 0.03 和 0.2 mg/kg，不同浓度样品加标回收率为 100~102%，样品 6 次测定 RSD 值小于 1.72%。该方法精密度高、准确度高、干扰较少、快速简单，适用于超高分子量聚乙烯中铝元素和钙元素的含量测定。

关键词：ICP-MS 超高分子量聚乙烯 铝（Al） 钙（Ca）

超高分子量聚乙烯具有其他材料无可比拟的耐冲击、耐磨损、耐化学腐蚀以及良好的生物相容性等特点，在外科植入物领域得到广泛应用，如在人工关节植入物中主要用于摩擦副界面，如胫骨垫片、髌臼内衬等。然而，在超高分子量聚乙烯的合成过程中会应用四氯化钛 / 三乙基铝作为催化剂，催化剂清除不完全会导致过量的铝杂质元素残留在原材料中，过量的铝残留不仅对人体有害，还会影响其终产品的预期使用性能。因此，超高分子量聚乙烯的材料标准 ISO 5834-1 和 GB/T 19701.1 中均对外科植入物用超高分子量聚乙烯粉料的铝杂质元素限量提出了明确的要求，ISO 5834-1:2019 规定了 1 型和 2 型铝元素允许的最大值为 20.0

mg/kg，钙元素允许的最大值为 5.00 mg/kg；GB/T 19701.1 规定了 1 型和 2 型铝元素允许的最大值为 40.0 mg/kg，钙元素允许的最大值为 50.0 mg/kg。

本文参考标准 YY/T 1507.3-2016 《外科植入物用超高分子量聚乙烯粉料中杂质元素的测定 第3部分：ICP-MS 法测定钙（Ca）元素含量》和 YY/T 1507.4-2016 《外科植入物用超高分子量聚乙烯粉料中杂质元素的测定 第4部分：ICP-MS 法测定铝（Al）元素含量》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列测定了外科植入物用超高分子量聚乙烯粉料中铝和钙的含量。

■ 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 实验器皿及试剂

实验所用器皿为塑料材质和石英材质，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

准确称取 1.00 g 样品（精确至 0.0001 g）于石英坩埚中，在可调式电炉上小火碳化至无烟，移入马弗炉 500℃ 至完全灰化。冷却至室温，用硝酸（1:1）将灰分溶解，然后将其移入 10 mL 塑料容量瓶中，用超纯水少量多次洗涤石英坩埚，洗涤液合并与容量瓶中，定容至刻度，若元素含量较高可稀释一定倍数后检测。同法制备方法空白溶液和样品加标溶液。

1.4 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	9.0 L/min
辅助气	1.10 L/min	载气	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流雾室	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	采样锥 / 截取锥	铜锥 / 镍锥
碰撞气	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	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

采用 1% 硝酸水溶液配制铝、钙标准溶液，标准溶液浓度为 0、50.0、100、200、500、1000 和 2000 $\mu\text{g/L}$ 。采用在线加入内标溶液，内标元素为 Sc，浓度为 50 $\mu\text{g/L}$ 。

2.2 标准曲线

元素标准曲线如图 1 和图 2。

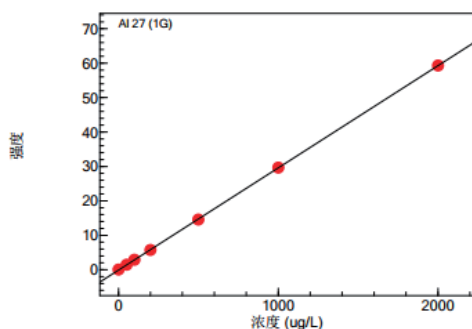


图 1 Al 元素标准曲线， $r=0.99999$

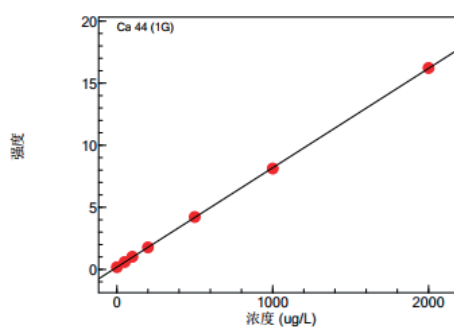


图 2 Ca 元素标准曲线， $r=0.99998$

2.3 方法检出限

按照实验方法对 1% 硝酸进行 10 次测定，以测定结果的 3 倍标准偏差计算仪器检出限；按照实验方法对样品空白溶液进行 10 次测定，根据测定结果的 3 倍标准偏差和方法前处理，求得方法检出限，结果见表 2。

表 2 仪器检出限和方法检出限

分析元素	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 (mg/kg)	限值 (mg/kg) ISO 5834-1:2019	限值 (mg/kg) GB/T 19701.1
^{27}Al	0.8	0.03	20.0	40.0
^{44}Ca	4	0.2	5.00	50.0

2.4 分析结果和准确度考察

按照实验方法，对样品进行分析测定，分析结果见表 3。在样品中加入 500 和 1000 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液，进行样品加标回收率试验，考察方法准确性，样品加标回收率在 100~102% 之间，6 次测定 RSD 值小于 1.72%。

表 3 分析结果和样品加标回收率

分析元素	定容体积 (mL)	样品分析结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (n=6,%)	样品含量 (mg/kg)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (n=6,%)	回收率 (%)
Al	50	284	0.65	14.2	500	794	1.72	102
					1000	1300	1.19	102
Ca	50	788	1.21	36.2	500	179	0.76	100
					1000	1800	0.45	101

■ 结论

本文参考标准 YY/T 1507.3-2016 《外科植入物用超高分子量聚乙烯粉料中杂质元素的测定第 3 部分：ICP-MS 法测定钙 (Ca) 元素含量》和标准 YY/T 1507.4-2016 《外科植入物用超高分子量聚乙烯粉料中杂质元素的测定第 4 部分：ICP-MS 法测定铝 (Al) 元素含量》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列测定了外科植入物用超高分子量聚乙烯粉料中铝的含量。该方法灵敏度高，精密度好，分析快速，适用于超高分子量聚乙烯粉料中铝和钙含量的测定。

岛津应用云

