

ICP-MS 测定脂肪乳注射液中铝元素含量

ICPMS-168

摘要：本文建立了采用 2% 硝酸直接稀释脂肪乳注射液，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定铝元素含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好 ($r > 0.99995$)，方法检出限为 $0.60 \mu\text{g/L}$ ，不同浓度加标回收率在 101.1%~118.4% 之间，测定结果准确，满足 ICH Q3D 的要求，样品连续测定 6 次的 RSD 为 3.30%，重复性良好，适用于脂肪乳注射液中铝元素含量的测定。

关键词：ICP-MS 脂肪乳 铝

脂肪乳注射液为白色乳状液体，是重要的肠外营养液之一。脂肪乳可以为机体提供能量和必需脂肪酸，常用于胃肠外营养补充能量及必需脂肪酸，预防和治疗人体必需脂肪酸缺乏症，也为经口服途径不能维持和恢复正常必需脂肪酸水平的病人提供必需脂肪酸。除按照 ICH Q3D 要求，需要对脂肪乳注射液进行杂质元素的风险评估外，在 21 CFR 201.323 中规定，大体积肠外注射液中的铝元素含量不能超过 $25 \mu\text{g/L}$ ，铝在

人体的蓄积可能导致更加严重的身体病变。由于脂肪乳注射液中铝元素限值低、而环境和试剂中铝元素本底较高，在常规的微波消解处理样品过程中难以控制空白。

本文采用 2% 硝酸直接稀释脂肪乳注射液，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了铝元素含量。该方法测定快速、准确，有效降低了样品测试过程中的污染，满足脂肪乳注射液中铝元素含量测试要求。

■ 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

实验所用器皿为一次性使用塑料容器；实验所用 HNO_3 试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

将试样放至室温后使用移液枪准确移取 2 mL 试样，加 8 mL 2% 硝酸后摇匀，同时制备样品加标溶液。

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

等离子体气流速：9.0 L/min

辅助气流速：1.1 L/min

载气流速：0.7 L/min

炬管类型：Mini

雾化器类型：同心

雾化室：旋流

雾室温度：5°C

采样深度：3.0 mm

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

池气体类型：He

池电压：-35 V

池气体流量：6 mL/min

能量过滤器：4 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 Al 标准溶液，标准溶液分别为 0.00、2.50、5.00、7.50、10.0 $\mu\text{g/L}$ 。配制浓度为 500 $\mu\text{g/L}$ 的 Sc 内标溶液，采用内标组件在线加入。

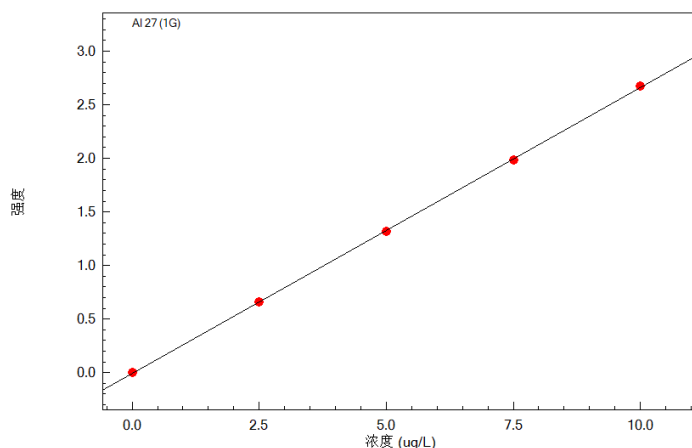


图 1 Al 元素的标准曲线 $r=0.99995$

2.2 检出限

按照实验方法对样品空白进行 11 次测定，计算 Al 元素的仪器检出限。按照取样量 2 mL，定容体积 10 mL 计算，得到方法检出限及定量限，结果见表 1。结果表明定量限远小于标准限值要求的 25 $\mu\text{g/L}$ 。

表 1 检出限结果

元素	内标	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	定量限 ($\mu\text{g/L}$)
^{27}Al	^{45}Sc	0.04	0.20	0.60

2.3 样品分析结果及加标回收率

测定样品及 0.5 倍、1.0 倍、1.5 倍限值浓度加标样品测定结果见表 2。

表 2 样品及不同浓度加标样品结果

元素	分析结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 ($\mu\text{g/L}$)	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 (%)
^{27}Al	2.82	14.10	2.50	5.78	3.76	118.4
			5.00	8.09	1.76	105.4
			7.50	10.4	0.85	101.1

样品测定 6 次，测定结果 RSD 值为 3.30%，仪器精密度良好。

■ 结论

本文采用 2% 硝酸直接稀释脂肪乳注射液 5 倍，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了铝元素含量。在 0~10 $\mu\text{g/L}$ 的线性范围内，Al 元素的相关系数 $r=0.99995$ ，定量限为 0.60 $\mu\text{g/L}$ ，精密度 $\text{RSD}<4.0\%$ ，不同浓度的加标回收率在 101.1%~118.4% 之间，满足 ICH Q3D 规定的 70%~150% 的回收率要求。该方法操作简便、快速，测试结果准确，可适用于脂肪乳注射液中铝元素含量测定。

岛津应用云

