

利用 ICPMS-2030 系列测定药用塑料包装材料中的可浸出金属元素含量

ICPMS-158

摘要：本文参考欧洲药典新通则 2.4.35，使用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）对药用塑料包装材料中可浸出金属元素含量进行了测试。该方法操作简单，分析速度快，灵敏度高，可以对多种元素含量进行同时测定。各元素不同浓度加标回收率在 86~114% 之间，满足 70~150% 的回收率要求，各元素连续 6 次 0.5 倍限值浓度加标样品测定结果 RSD 小于 2.0%。

关键词：ICPMS-2030 系列 药用塑料 浸出 欧洲药典

药用包装材料有玻璃、塑料、金属等多种材质，其中塑料材料因具有包装牢固、容易封口、色泽鲜艳、透明美观、重量轻、携带方便、价格低廉等优点，在药物制造中得到广泛使用。随着科技的发展，众多材料被应用到各种药物的包装过程中，药包材的安全性日益引起人们的关注，尤其是被广泛应用的塑料药包材。金属元素杂质含量一直是药物生产过程中需要控制的指标，为了药物安全，迁移量会直接影响用药的安全性，因此在《欧洲药典新通则 2.4.35 Extractable elements

in plastic materials for pharmaceutical use》征求意见稿中，规定了用于制造药用容器的塑料中的 10 种可浸出元素的测试方法。

本文使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪，参考欧洲药典新通则 2.4.35 测定了某塑料包装材料中 10 种可浸出金属元素的含量，验证了岛津 ICP-MS 在药用塑料包装材料可浸出金属元素测定中的适用性。

■ 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 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
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
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

取 PET 材质的药用塑料瓶, 裁剪至最大直径小于 1 cm 的碎片, 称取碎片约 40 g 置于 200 mL 洁净的烧杯中, 添加 100 mL 0.1 mol/L 的盐酸后, 使用洁净的培养皿盖住烧杯, 一起置于压力蒸汽灭菌器 (上海博迅实业有限公司) 中, 121 °C 保持 60 min 后自然冷却至室温。移取 5 mL 浸提液至 15 mL 离心管, 移取 0.5 mL HNO₃ (优级纯)、0.2 mL HCl (优级纯) 加入离心管后使用浸提液定容至 10 mL, 即为待测溶液。同法制备样品空白及加标样品。

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

各元素限值浓度如表 2 所示, 配制限值 0.5 倍、1 倍、1.5 倍、2 倍浓度的混合标准溶液。内标元素 ⁹Be、⁴⁵Sc、⁷²Ge、¹¹⁵In、²⁰⁹Bi 浓度为 100 μg/L, 采用内标组件在线添加。

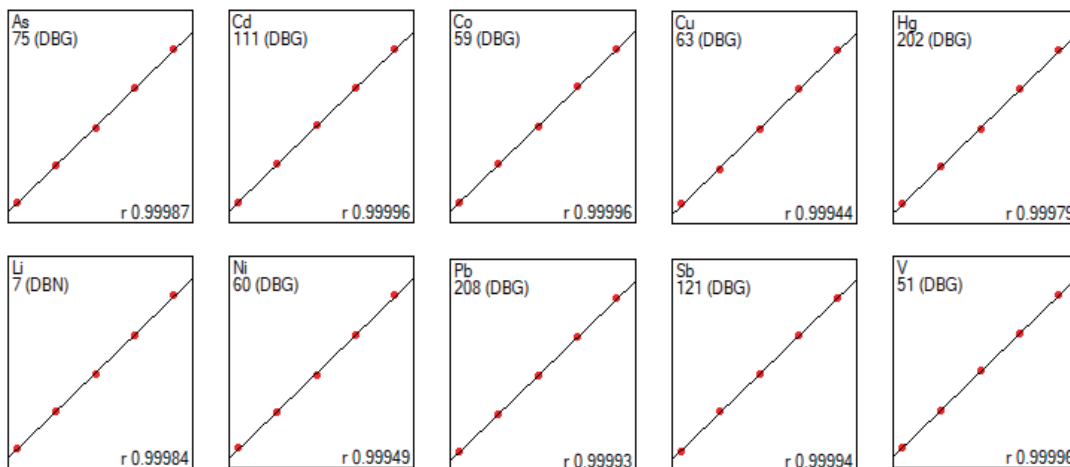
表 2 元素限值信息

元素	ICHQ3D 分类	元素限值浓度 J (μg/L)
Cd	1	10
Pb	1	10
As	1	10
Hg	1	10
Co	2A	10
V	2A	10
Ni	2A	10
Li	3	300
Sb	3	100
Cu	3	300

表 3 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	内标	标准曲线浓度 (μg/L)				
			STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Cd	111	¹¹⁵ In	0.00	5.00	10.0	15.0	20.0
Pb	208	²⁰⁹ Bi	0.00	5.00	10.0	15.0	20.0
As	75	⁷² Ge	0.00	5.00	10.0	15.0	20.0
Hg	202	²⁰⁹ Bi	0.00	5.00	10.0	15.0	20.0
Co	59	⁷² Ge	0.00	5.00	10.0	15.0	20.0
V	51	⁴⁵ Sc	0.00	5.00	10.0	15.0	20.0
Ni	60	⁷² Ge	0.00	5.00	10.0	15.0	20.0
Li	7	⁹ Be	0.00	150	10.0	450	600
Sb	121	¹¹⁵ In	0.00	50.0	10.0	150	200
Cu	63	⁷² Ge	0.00	150	300	450	600

2.2 元素标准曲线



2.3 样品测定结果及加标回收率

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，取 3 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得各元素在溶液中的检出限。使用 ICPMS-2030 系列测定了药用塑料包装材料浸出液中金属元素含量，并进行 0.5 J、1 J、1.5J 浓度的加标回收试验，其中 J 表示限值浓度，结果见表 4。

表 4 样品测定结果及各浓度加标回收率

元素	检出限 (µg/L)	测定结果 (µg/L)	加标回收率 (%)		
			0.5J	1J	1.5J
Cd	0.001	0.05	91	91	91
Pb	0.002	1.50	95	94	99
As	0.02	0.44	99	101	100
Hg	0.02	0.16	99	93	96
Co	0.08	45.7	96	92	96
V	0.06	1.75	93	97	96
Ni	0.21	20.3	114	104	103
Li*	0.002	3.40	98	99	100
Sb	0.03	66.7	93	91	90
Cu	0.06	15.5	86	97	96

注：1、N.D. 表示未检出；2、* 表示采用非碰撞模式测定。

2.4 精密度考察

配制 6 份 0.5 倍各元素限值浓度的加标样品，连续测定后计算测定结果的 RSD (%)，结果见表 5。

表 5 各元素测定结果精密度 (n=6)

元素	测定结果精密度 RSD (%)
Cd	1.7
Pb	1.1
As	0.9
Hg	1.8
Co	0.7
V	0.8
Ni	1.0
Li	0.7
Sb	1.1
Cu	1.0

■ 结论

本文使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了塑料药包材中可浸出元素的含量，验证了岛津 ICP-MS 在药用塑料包装材料可浸出金属元素测定中的适用性。各元素不同浓度加标回收率在 86~114% 之间，满足 70~150% 的回收率要求，各元素连续 6 次 0.5 倍限值浓度加标样品测定结果 RSD 小于 2.0%，该方法操作简便、分析速度快，灵敏度高，适用于塑料药包材中可浸提金属元素含量的测试。

岛津应用云

