

利用 ICPMS-2030 LF 测定葡萄糖注射液中重金属元素含量

ICPMS-151

摘要：本文使用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）直接对 5% 葡萄糖注射液中重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，可以对多元素含量进行同时测定。各元素不同浓度加标回收率在 87~110% 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 3%。

关键词：ICPMS-2030LF 葡萄糖注射液 重金属

葡萄糖注射液是临床上运用非常广泛的药物，葡萄糖作为营养物质常被用于补充高热、昏迷或者是衰弱不能进食的患者所需要的热量和体液，同时葡萄糖也可以作为溶媒，可以促进其它药物的溶解和吸收。因其使用广泛且单日使用剂量大，ICH（人用药品技术要求国际协调理事会）在元素杂质限度方面规定其按照日给药体积 2 L 进行限度考察，并将注射剂需要进行

风险评估的元素分为 1 类、2A 类及部分 3 类。鉴于日摄入量，葡萄糖注射液中的杂质含量限度极大降低，对测定仪器的灵敏度都有较高要求。

本文使用岛津 ICPMS-2030 LF 电感耦合等离子体质谱仪直接测定了葡萄糖注射液中重金属元素的含量，验证了岛津 ICP-MS 产品在葡萄糖注射液中重金属元素测定中的适用性。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS – 2030 LF 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 | 0.60 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 |

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

配制 100 倍限值浓度（限值浓度用 J 表示）的混合标液，使用优级纯葡萄糖配制 5% 葡萄糖溶液作为稀释剂，稀释 100J 的混合标液一定倍数得到所需标准溶液，标准溶液浓度如表 3 所示。内标元素 ^9Be 、 ^{45}Sc 、 ^{72}Ge 、 ^{115}In 、 ^{209}Bi 浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ ，采用内标组件在线添加，蠕动泵转速为 5 转 / 分钟，内标组件中的内标软管用样品软管替代。

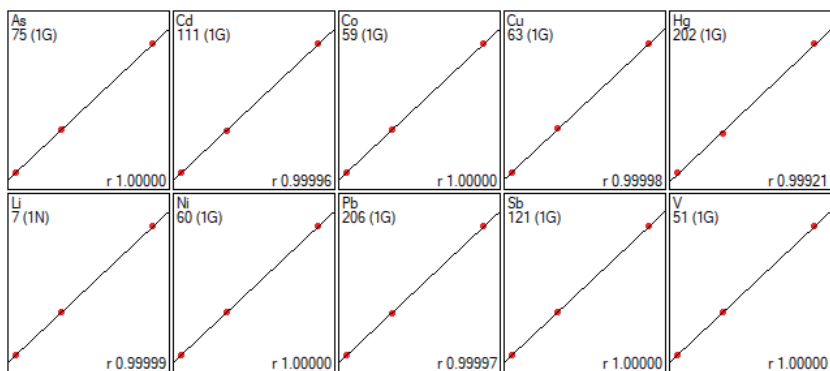
表 2 元素限度信息

| 元素 | 分类 | 日允许暴露量 ($\mu\text{g}/\text{天}$) | 样品中元素杂质允许浓度 J ($\mu\text{g}/\text{L}$) |
|----|----|--------------------------------------|---|
| Cd | 1 | 2 | 1 |
| Pb | 1 | 5 | 2.5 |
| As | 1 | 15 | 7.5 |
| Hg | 1 | 3 | 1.5 |
| Co | 2A | 5 | 2.5 |
| V | 2A | 10 | 5 |
| Ni | 2A | 20 | 10 |
| Li | 3 | 250 | 125 |
| Sb | 3 | 90 | 45 |
| Cu | 3 | 300 | 150 |

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 ($\mu\text{g}/\text{L}$) | | |
|----|--------------|-------------------|-----------------------------------|-------|-------|
| | | | STD1 | STD2 | STD3 |
| Cd | 111 | ^{115}In | 0.00 | 0.50 | 1.50 |
| Pb | 208 | ^{209}Bi | 0.00 | 1.25 | 3.75 |
| As | 75 | ^{45}Sc | 0.00 | 3.75 | 11.25 |
| Hg | 202 | ^{209}Bi | 0.00 | 0.75 | 2.25 |
| Co | 59 | ^{72}Ge | 0.00 | 1.25 | 3.75 |
| V | 51 | ^{45}Sc | 0.00 | 2.50 | 7.50 |
| Ni | 58 | ^{45}Sc | 0.00 | 5.00 | 15.00 |
| Li | 7 | ^9Be | 0.00 | 62.5 | 187.5 |
| Sb | 121 | ^{115}In | 0.00 | 22.50 | 67.5 |
| Cu | 63 | ^{72}Ge | 0.00 | 75.0 | 225.0 |

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 LF 直接测定了 5% 葡萄糖注射液中重金属元素含量，并进行 0.5 J、1 J 浓度的加标回收试验，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 ($\mu\text{g/L}$) | 测定结果 ($\mu\text{g/L}$) | 加标回收率 (%) | |
|-----|----------------------------|-----------------------------|-----------|-----|
| | | | 0.5J | 1J |
| Cd | 0.01 | N.D. | 104 | 98 |
| Pb | 0.06 | 0.17 | 110 | 102 |
| As | 0.16 | 0.32 | 103 | 102 |
| Hg | 0.03 | 0.13 | 87 | 99 |
| Co | 0.02 | N.D. | 104 | 97 |
| V | 0.02 | N.D. | 99 | 98 |
| Ni | 0.17 | 0.71 | 96 | 98 |
| Li* | 0.02 | 0.51 | 100 | 100 |
| Sb | 0.02 | 0.57 | 100 | 99 |
| Cu | 0.18 | 5.33 | 98 | 98 |

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 | 2.5 |
| Pb | 2.2 |
| As | 1.4 |
| Hg | 2.5 |
| Co | 2.8 |
| V | 1.1 |
| Ni | 1.4 |
| Li | 0.8 |
| Sb | 0.9 |
| Cu | 0.8 |

■ 结论

本文使用岛津 ICPMS-2030 LF 电感耦合等离子体质谱仪直接测定了 5% 葡萄糖注射液中重金属元素的含量，验证了岛津 ICP-MS 产品在葡萄糖注射液中重金属元素测定中的适用性。各元素不同浓度加标回收率在 87~110% 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 3%，该方法操作简便、分析速度快，灵敏度高，适用于葡萄糖注射液等样品中重金属元素含量的测试。

岛津应用云

