

ICP-MS 法测定人血白蛋白中铝残留量

ICPMS-118

摘要：参考 2020 版《中国药典》通则 3208《人血白蛋白铝残留量测定》征求意见稿，使用岛津 ICPMS-2030 测定了人血白蛋白中铝的残留量。试验结果表明 ICPMS-2030 测定人血白蛋白样品中铝残留量具有较好的稳定性， $RSD(n=3)<5\%$ 。铝元素加标回收率 106%，可满足 2020 版《中国药典》通则 9101 规定回收率为 75~120% (1mg/kg) 的要求。

关键词：ICP-MS 人血白蛋白 铝

人血白蛋白是应对失血创伤引起的休克、脑水肿及损伤引起的颅压升高、肝硬化及肾病引起的水肿或腹水、新生儿高胆红素血症等疾病的一种静脉注射用药，在临床、急救上有重要的应用。人血白蛋白中铝残留量一直是《中国药典》严格限制的项目，且要求低于 200 $\mu\text{g/L}$ 。

在 2015 版《中国药典》中，仅将原子吸收分光光度法作为唯一测定人血白蛋白中铝残留量的方法，由于铝残留量限值较低、原子吸收分光光度计测定铝的稳定性较差等因素，人血白蛋白生产厂家在测定铝

残留量的过程中存在很大的不确定性。2020 版《中国药典》对通则 3208 人血白蛋白铝残留量测定进行了增订，增加了电感耦合等离子体质谱法作为铝残留量测定的第二法，充分发挥电感耦合等离子体质谱法灵敏度高、准确度高等特点，可以很好的应对人血白蛋白铝残留量的测定。

ICP-MS 作为高灵敏度、多元素快速分析的无机质谱技术，是痕量、超痕量元素分析的主要手段，可以轻松应对人血白蛋白中铝残留量测定的需求。本文使用 ICP-MS 分析了人血白蛋白中铝残留量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 仪器分析条件

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

碰撞气体：He

碰撞气流速：0 mL/min

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

雾室温度：5 $^{\circ}\text{C}$

高频频率：27.12 MHz

池电压：-21 V

能量过滤器电压：7.0 V

■ 样品前处理

精密移取供试品 1 mL，加稀释液（5% HNO_3 （v/v）水溶液）9 mL，涡旋摇匀后静置 4 小时，静置后放入离心机中 4000rpm 离心 30 min，上清液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后待测。

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和检出限

用稀释液（5% HNO_3 （v/v）水溶液）将铝元素标准溶液稀释为浓度分别为 0 $\mu\text{g/L}$ 、2.5 $\mu\text{g/L}$ 、5 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 的溶液。以 500 $\mu\text{g/L}$ 的 ^{45}Sc 作为内标溶液，采用内标组件在线添加。标准曲线见图 1，检出限见表 1。

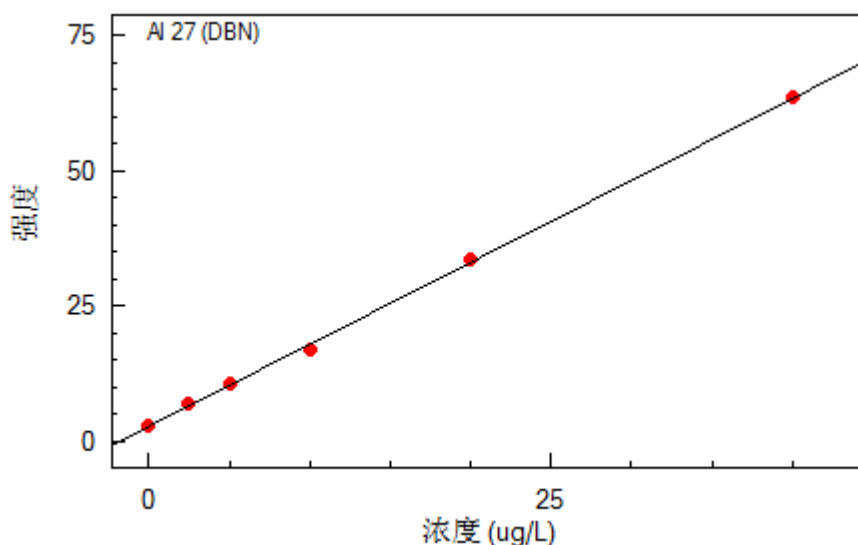

 图 1 铝标准曲线 $r=0.99974$

表 1 铝元素检出限

元素	质量数 (amu)	内标	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)
Al	27	^{45}Sc	0.13	1.3

3.2 样品结果

使用岛津 ICPMS-2030 测定人血白蛋白中铝残留量，按照限值浓度加标，并测定样品的加标回收率，实验结果见表 2。

表 2 人血白蛋白铝残留量分析结果

元素	质量数	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(%) (n=3)	样品含量 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)
Al	27	4.06	4.32	40.6	20	25.3	106

测定结果表明，ICPMS-2030 测定人血白蛋白样品中铝残留量具有较好的稳定性， $RSD(n=3) < 5\%$ 。加标回收率 106%，满足 2020 版《中国药典》通则 9101 规定回收率为 75~120% (1mg/kg) 的要求。

■ 结论

使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了人血白蛋白中铝残留量，加标回收率 106%，样品测定相对标准偏差 $RSD < 5.0\%$ 。该方法具有灵敏度高，检出限低，重复性好，分析速度快，操作简单等特点，可以完全满足 2020 版《中国药典》规定的人血白蛋白中铝残留量分析的要求。