

# ICP-MS 测定一次性使用重力输液式输液器中重金属元素的残留量

ICPMS-093

**摘要：**本文参考 GB 8368-2018《一次性使用输液器 重力输液式》标准，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了一次性使用重力输液式输液器中铬、铜、镉、锡、钡、铅 6 种重金属元素含量。实验结果表明，各元素的相关系数  $r > 0.9997$ ，测定结果准确，加标回收率在 94~105% 之间，方法的精密度良好，RSD<3.0%，该方法适用于一次性重力输液式输液器中多元素含量的测定。

**关键词：**一次性使用重力输液式输液器 重金属元素 ICPMS-2030

一次性重力输液式输液器是主要用于静脉输液、建立静脉与药液之间通道的常用一次性耗材。该输液器若在生产过程中不慎引入重金属，比如汞、镉、铅、铬、铜、锡和钡等一些具有较强生物毒性的重金属元素，它们将随着药液一同进入人体，重金属会和人体中的蛋白质、酶等发生化学作用，使其失去活性，或积聚在人体器官中，引发慢性中毒。因此，在一次性使用重力输液式输液器质量标准制定及质量控制过程中，有必要进行重金属元素的测定。

输液式》中对元素铬、铜、镉、锡、钡、铅（浸提液中总金属含量不超过 1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，镉含量不超过 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）采用的主要测定方法为原子吸收法，该方法操作复杂，测定周期长，因此建立一种简便、快速、准确的重金属元素测定方法具有十分重要的意义。本文建立了运用电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）同时测定一次性使用重力输液式输液器中铬、铜、镉、锡、钡、铅 6 种重金属元素的方法，该方法简便、快速、准确，可用于一次性使用重力输液式输液器的质量控制。

国家标准 GB 8368-2018《一次性使用输液器 重力

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪 蠕动泵

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，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  $\text{HNO}_3$  为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品前处理

取一次性重力输液式输液器，将其与一个装有 1%  $\text{HNO}_3$  溶液 250mL 的干净烧杯、蠕动泵连成一循环系统，将烧杯至于加热器上进行加热，维持温度为  $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ ，以 1 L/h 的速度使之循环 2 h。收集全部浸提液放置室温，摇匀，待测。同法制备空白溶液。

### 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	等离子体气流速	8.0 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

## 结果与讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 1% (V/V) HNO<sub>3</sub> 的 Cr、Cu、Cd、Sn、Ba、Pb 混合系列标准溶液于 100 mL 容量瓶中，配制溶液浓度如表 2 所示。内标元素 <sup>45</sup>Sc 浓度为 500 μg/L、<sup>103</sup>Rh 和 <sup>165</sup>Ho 浓度均为 50 μg/L，采用在线添加内标。

表2 元素标准溶液浓度及质量数

元素	质量数	标准曲线浓度(μg/L)				
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Cr	53	0.00	0.50	1.0	5.0	10
Cu	65	0.00	0.50	1.0	5.0	10
Cd	111	0.00	0.50	1.0	5.0	10
Sn	120	0.00	0.50	1.0	5.0	10
Ba	137	0.00	0.50	1.0	5.0	10
Pb	208	0.00	0.50	1.0	5.0	10

注：所有元素均采用氦气碰撞模式

### 2.2 各元素标准曲线如下

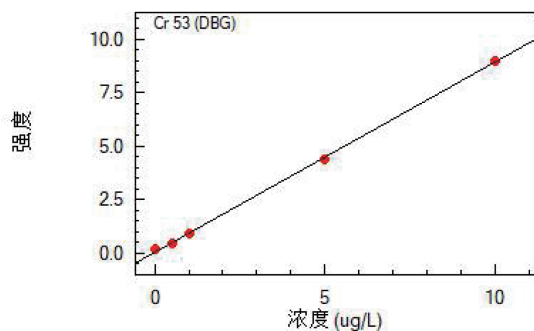


图1 Cr元素的标准曲线 r=0.99979

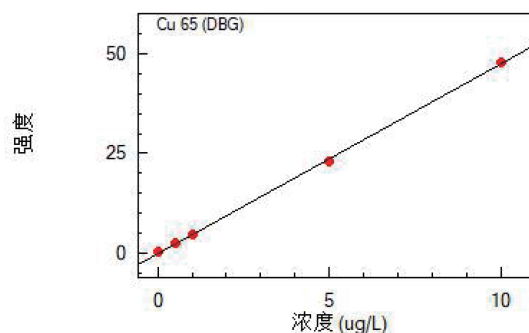


图2 Cu元素的标准曲线 r=0.99975

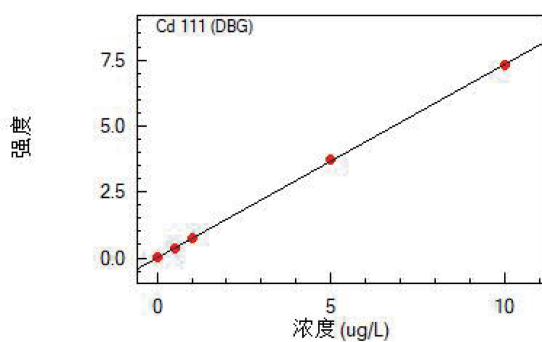


图3 Cd元素的标准曲线 r=0.99998

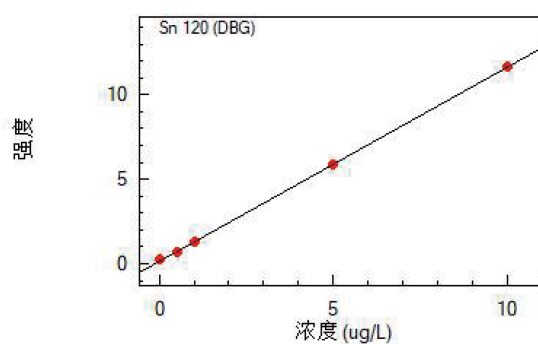


图4 Sn元素的标准曲线 r=0.99994

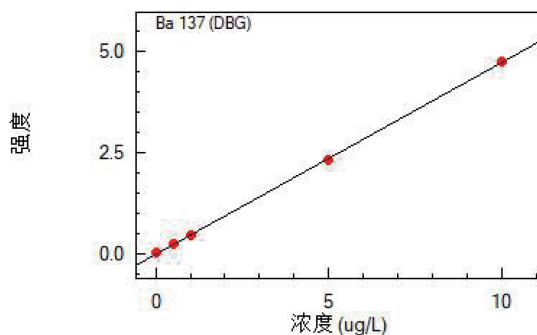


图5 Ba元素的标准曲线 r=0.99986

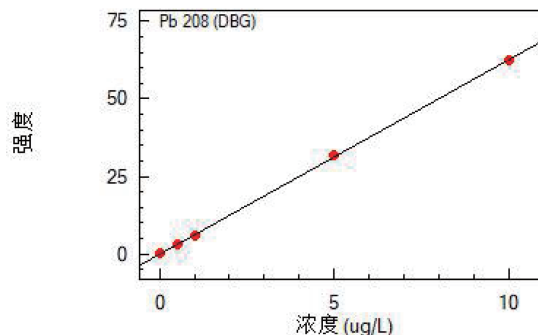


图6 Pb元素的标准曲线 r=0.99996

### 2.3 样品分析及加标回收率

将一次性重力式输液器按照前处理方法处理后，使用 ICPMS-2030 的碰撞模式直接测定样品中多种元素含量。对曲线空白的分析元素进行 11 次测定，软件中设置 [ 显示定量下限 ]，标准曲线自动计算各元素的仪器检出限 ( $3\sigma$ )，根据样品前处理方法换算成相应的方法检出限。并对样品进行加标回收实验验证方法准确性，实验结果见表 3。

表3 样品分析及加标回收率

元素	内标	分析结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD(n=3) (%)	回收率 (%)	方法检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )
Cr	$^{45}\text{Sc}$	ND	2.0	1.98	1.96	99	0.04
Cu	$^{45}\text{Sc}$	ND	2.0	2.01	1.01	100	0.009
Cd	$^{103}\text{Rh}$	ND	2.0	2.01	0.56	100	0.002
Sn	$^{165}\text{Ho}$	3.34	2.0	5.22	3.53	94	0.07
Ba	$^{165}\text{Ho}$	ND	2.0	2.10	1.49	105	0.01
Pb	$^{165}\text{Ho}$	ND	2.0	2.07	1.13	104	0.007

备注：ND未检出；

### 2.4 方法精密度实验

为了验证本方法的重复性，取 6 份同样的样品，分别向样品中加入含各元素  $2 \mu\text{g/L}$  的标准溶液，计算出 6 份样品加标测定结果的 RSD 值，确定方法的精密度都小于 3%，其结果见表 4。

表4 样品加标样测定结果和精密度

元素	加标样 (测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ ))						RSD (%)
	1#样品	2#样品	3#样品	4#样品	5#样品	6#样品	
Cr	1.92	1.95	1.95	2.00	2.06	1.96	2.44
Cu	2.01	2.04	2.04	1.90	2.04	2.05	2.91
Cd	1.95	2.02	1.97	1.99	1.90	1.93	2.13
Sn	5.13	5.16	5.24	5.29	5.26	5.33	1.46
Ba	2.19	2.20	2.21	2.14	2.24	2.23	1.58
Pb	2.12	2.12	2.12	2.13	2.06	2.12	1.14

## 结论

参考 GB 8368-2018 《一次性使用输液器 重力输液式》标准，采用电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 对一次性使用重力输液式输液器中重金属元素进行测定，较之于标准规定的原子吸收法，该方法操作简单、分析速度快、灵敏度高、准确度好，可用于一次性使用重力输液式输液器中多元素含量的测定。