

# ICP-AES 测定生理盐水注射液包材浸出液中 6 种金属元素的含量

ICP-136

**摘要：**参考《化学药品注射剂与塑料包装材料相容性研究技术指导原则（试行）》与《2016 年 12 月化学药品与弹性体密封件相容性指导原则》，使用岛津公司 ICPE-9820 全谱直读型电感耦合等离子体发射光谱仪同时测定生理盐水注射液包材浸出液中 Al、Mg、Ca、Si、Pb 及 Cd 等多种金属元素含量，并通过加标回收率实验对方法进行验证。实验结果表明，该方法操作简单，定量准确，可满足药包材浸出液中 6 种金属元素的含量分析。

**关键词：**药包材 浸出液 ICP-AES 金属元素

药品生产企业在选择及确认包装密封件时应以对药品的包装、储存、运输和使用中起到保护药品质量、实现给药目的为原则。

密封件生产商在进行配方设计和开发时，应依据相关的法律法规选择符合食品、医药品的配合体系和用量，并能确保密封件产品配方的一致性和生产加工工艺的稳定性；且其产品质量符合国家 YBB 标准或其他等同标准。密封件填料引入的元素或离子（如：Mg、Zn、Al、Si；及有害的 Pb、Cd）会迁移到药品中，导致某些

药物产生沉淀，或产生潜在的安全性风险。

ICP-AES 用于金属元素分析，具有灵敏度高、线性范围宽、测试速度快、可同时测定多元素等优点。本文参考《化学药品注射剂与塑料包装材料相容性研究技术指导原则（试行）》与《2016 年 12 月化学药品与弹性体密封件相容性指导原则》，使用岛津公司 ICPE-9820 全谱直读型电感耦合等离子体发射光谱仪同时测定了药包材浸出液中 Al、Mg、Ca、Si、Pb、Cd 等多种金属元素含量。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 全谱发射光谱仪

### 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；实验所用的 HNO<sub>3</sub> 等试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

样品：实验样品为生理盐水注射液包材。

材料提取试验提取介质的选择要充分考虑密封件配方成份的特点；包装容器系统提取试验的提取介质的选择要充分考虑药品的处方组成成份的特点。针对生理盐水注射液包材，提取介质采用 0.9% 生理盐水。

采用提高温度条件下的加速提取，将生理盐水注射液包材截取 10×10 cm<sup>2</sup>，采用双蒸水冲洗后，浸泡于 20.0 mL 0.9% 生理盐水，在高压灭菌锅内 121℃，60 min 加速提取。提取液直接用于分析。同时进行加标回收实验。

### 1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	同心	标准	旋流	1.20	14.0	0.7	27.12	1.2

## 结果与讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 0.9% 生理盐水的 Al、Mg、Ca、Si、Pb、Cd 元素不同浓度标准溶液于 50 mL 容量瓶中，同时加入内标溶液 Y 和 In，浓度分别 1 mg/L 及 10 mg/L，配制浓度如表 2 所示。AL，Cd 及 Si 选用 In(325.609 nm) 做内标校正，Ca、Pb 及 Mg 选用 Y(371.030 nm) 做内标校正。

表2 多元素标准溶液浓度及波长

元素	波长 (nm)	标准曲线浓度(mg/L)				
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4
Al	396.153	0.00	0.10	0.20	1.00	2.00
Ca	396.847	0.00	0.10	0.20	1.00	2.00
Cd	280.802	0.00	0.10	0.20	1.00	2.00
Mg	280.270	0.00	0.10	0.20	1.00	2.00
Pb	220.353	0.00	0.10	0.20	1.00	2.00
Si	251.611	0.00	0.10	0.20	1.00	2.00

### 2.2 部分元素标准曲线如下：

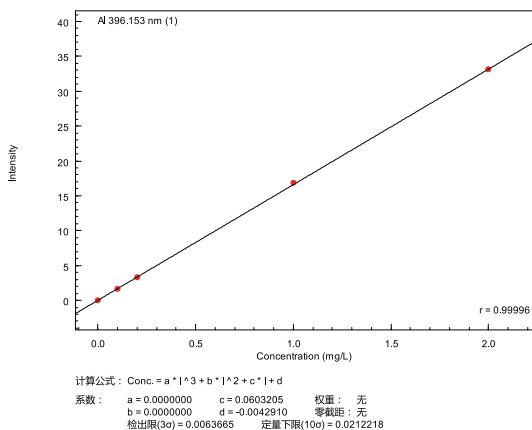


图1 Al元素的标准曲线

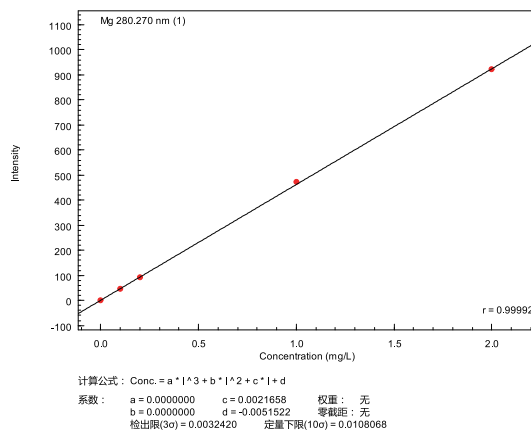


图2 Mg元素的标准曲线

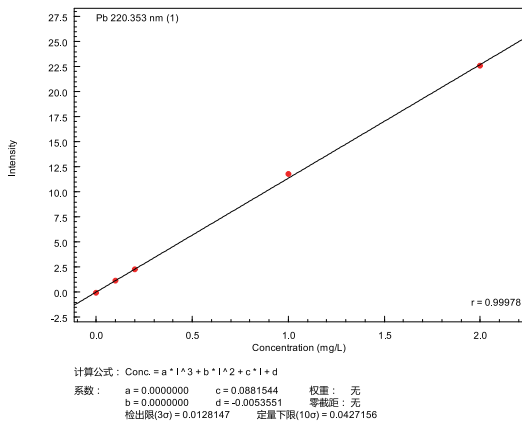


图3 Pb元素的标准曲线

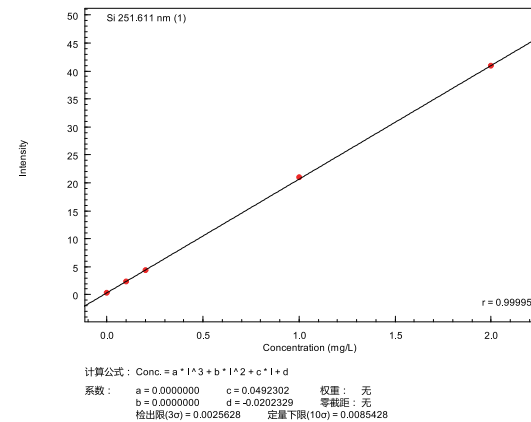


图4 Si元素的标准曲线

### 2.3 部分元素谱线轮廓

多元素同时分析时，因为发出的谱线数量非常多，所以谱线可能存在重叠（称为光谱干扰）。当样品中含多种组分并存在光谱干扰时，岛津 ICPEsolution 软件具有独特的“最佳波长优化”功能，可根据各元素波长灵敏度及信噪比以及谱线间相互干扰情况，自动选择最佳波长。

#### Al 396.153 Best

条件1

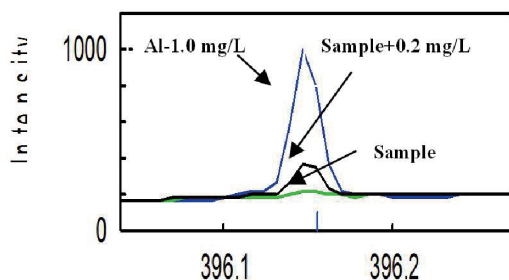


图5 Al元素谱峰轮廓图

#### Ca 396.847 Best

条件1

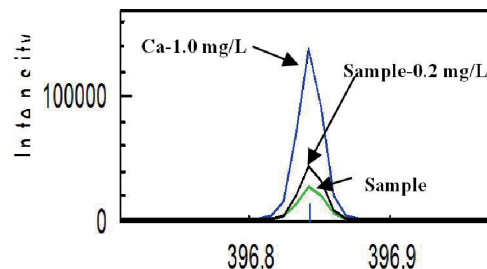


图6 Fe元素谱峰轮廓图

#### Cd 228.802 Best

条件1

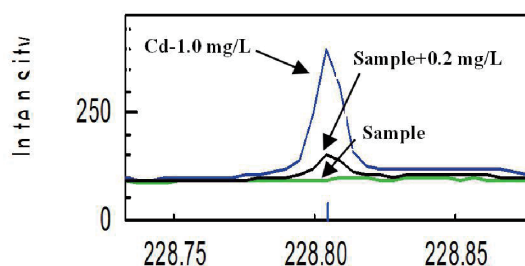


图7 Cd元素谱峰轮廓图

#### Mg 280.270 Best

条件1

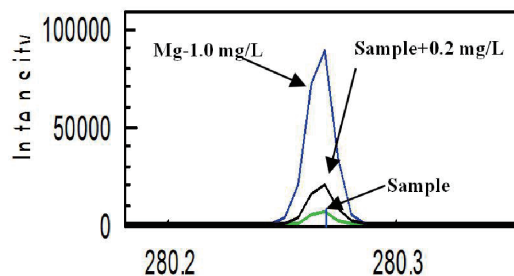


图8 Mg元素谱峰轮廓图

### 2.4 样品分析及检出限

使用 ICPE-9820 直接测定生理盐水注射液包材浸出液中 Al、Mg、Ca、Si、Pb、Cd 等多种金属元素含量。对样品空白的分析元素进行 10 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检出限 (3σ)。实验结果见表 3。

表3 分析结果及加标回收率实验

元素	方法检出限 (mg/L)	测定结果 (mg/L)	加标值 (mg/L)	加标后测定值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%)
Al	0.0063	0.04	0.20	0.234	96	0.22
Ca	0.0076	0.27	0.20	0.478	103	0.37
Cd	0.012	ND	0.20	0.201	100	0.95
Mg	0.0032	0.08	0.20	0.289	103	0.25
Pb	0.013	ND	0.20	0.196	98	0.84
Si	0.0026	0.37	0.20	0.560	92	0.28

注：ND表示未检出

## ■ 结论

使用岛津公司 ICPE-9820 全谱直读型电感耦合等离子体发射光谱仪同时测定了生理盐水注射液包材浸出液中 Al、Mg、Ca、Si、Pb、Cd 等多种金属元素含量, 分析结果加标回收率良好。该方法具有灵敏度高, 检出限低 (0.0026~0.012 mg/L), 精密度高 (RSD% $<$ 0.95), 分析速度快, 加标回收率准确 (92%~103%), 操作简单, 可行度高等特点, 可满足药包材中多种金属元素同时分析的要求。