

ICPMS-2050LF 直接进样测定氯化钠注射液中重金属元素含量

ICPMS-221

摘要：通过软件预设方法，使用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）直接进样测试了氯化钠注射液中重金属元素含量。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 0.1、0.3、1.0 倍限值浓度加标回收率满足 70~150% 的回收率要求，其中 0.3 倍和 1 倍限值浓度的加标回收率在 92.0~101.0% 之间，回收率良好。各元素不同浓度加标样品连续 6 次测定结果 RSD 不大于 3.03%，分析精密度良好。

关键词：ICPMS-2050LF 氯化钠注射液 直接进样 重金属

技术特点：

- ❖ LabSolutions ICPMS 软件预设环境、药品、食品分析方法，可直接调用，提升工作效率；
- ❖ 使用气体在线稀释系统，结合预清洗功能，降低了接口的维护频率。

氯化钠注射液即日常生活中所说的生理盐水，在患者的治疗过程中，为保证病人的细胞渗透压平衡，应用非常广泛。因其使用广泛且单日使用量远大于其他药物，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摄入量 2 L 进行限度考察。并规定注射剂需要进行风险评估的元素为 1 类、2A 类及部分 3 类元素。鉴于日摄入量限度大，氯化钠注射液中的杂质含量限度极大降低，同时氯化钠注射液的 NaCl 含量达到 0.9%，对测定

仪器的耐盐性和灵敏度都有较高要求。

本文使用岛津 ICPMS-2050 LF 电感耦合等离子体质谱仪，选用软件预设的 ICH 注射液测试方法，采用直接进样的方式测定了氯化钠注射液中重金属元素的含量，验证了岛津 ICP-MS 产品在氯化钠注射液中重金属元素测定中的适用性。通过在线气体稀释和预清洗，有效的降低了样品中盐分的影响，加标样品连续测试精密度良好。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS – 2050 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	0.30 L/min
稀释气流速	0.70 L/min	泵速	10 r/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	9.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He*	碰撞气流速	7 mL/min
池电压	-40 V*	能量过滤器电压	7.0 V

注：Li 元素未使用碰撞气；V 元素分析时池电压为 -20 V

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

表 2 为根据 ICHQ3D 要求，注射液需要进行测试的元素种类及限度信息，其中样品中元素杂质允许浓度按照日摄入量 2L 计算得到。

配制介质为含 20 µg/L Au 元素的 1% (V/V) HNO₃ 的混合系列标准溶液于 50 mL 容量瓶中，每个容量瓶添加 0.45 g 氯化钠固体进行基体匹配，按照样品中元素杂质允许浓度 J 的 0、0.5、1.5 倍设置校准溶液浓度，各元素浓度如表 3 所示。

根据预设方法，内标元素采用 ⁹Be、⁴⁵Sc、⁷¹Ga、¹¹⁵In、²⁰⁹Bi，其中 Be、In、Bi 浓度为 200 µg/L，Sc、Ga 浓度为 2000 µg/L，稀释剂为 10% (V/V) HNO₃，采用内标组件在线添加。

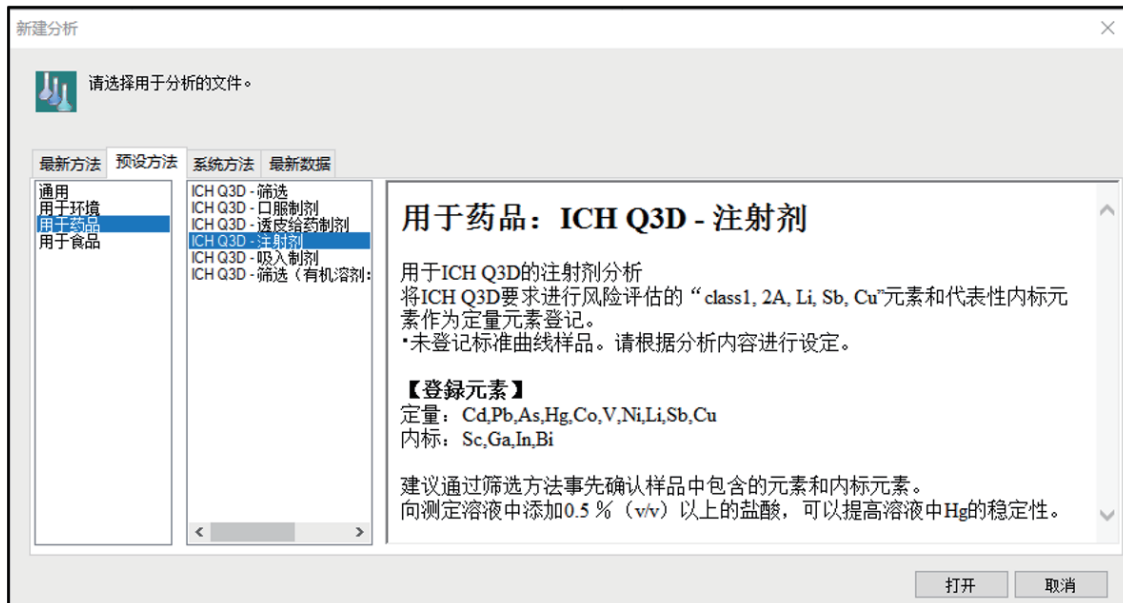


图 1 预设方法选择界面

表 2 元素限度信息

元素	分类	日允许暴露量 (µg/ 天)	样品中元素杂质允许浓度 J (µg/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 (µg/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	⁷¹ Ga	0.00	3.75	11.25
Hg	202	²⁰⁹ Bi	0.00	0.75	2.25
Co	59	⁴⁵ Sc	0.00	1.25	3.75
V	51	⁴⁵ Sc	0.00	2.50	7.50
Ni	60	⁷¹ Ga	0.00	5.00	15.0
Li	7	⁹ Be	0.00	62.5	187.5
Sb	121	¹¹⁵ In	0.00	22.5	67.5
Cu	63	⁷¹ Ga	0.00	75.0	225

2.2 元素标准曲线

选择所需的预设方法后，根据样品特性适当调整测定参数后即可开始测试校准样品和待测样品。得到各元素校准曲线图如下，各元素线性相关系数 r 均大于 0.9998，线性良好。

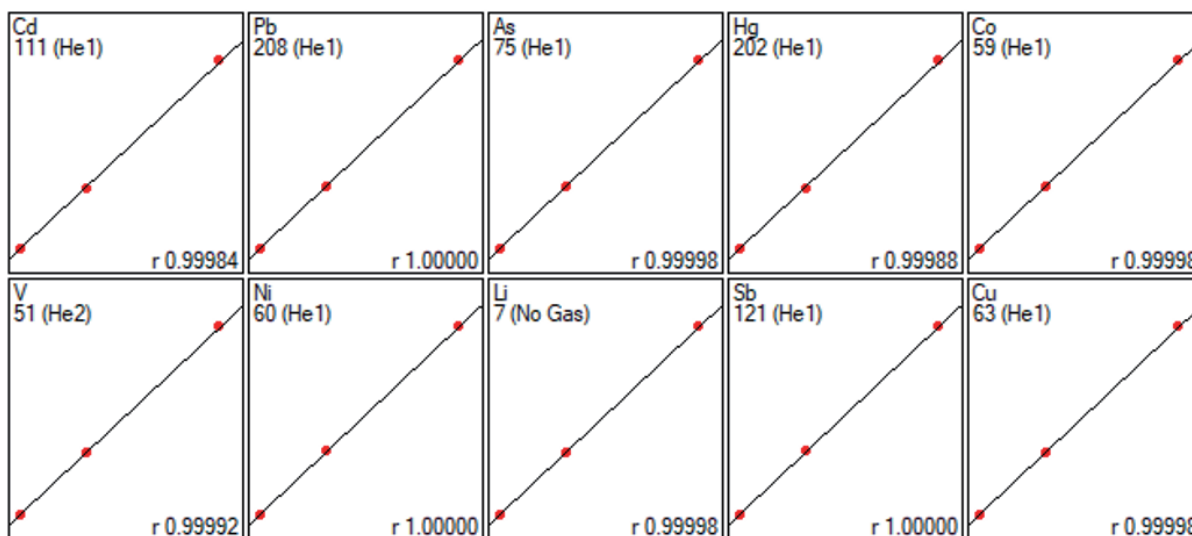


图 2 各元素校准曲线图

2.3 样品测定结果及加标回收率

上机测定样品中各元素含量，并进行 0.1 J、0.3 J、1.0 J 浓度的加标回收试验，结果见表 4。样品中各元素测定结果均低于限值浓度，加标回收率结果均满足回收率 70~150% 的要求，其中 0.3 J 和 1.0 J 浓度的加标回收率在 92.0~101.0% 之间，回收率良好。

表 4 样品测定结果及加标回收率

元素	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	0.1 J 加标样		0.3 J 加标样		1.0 J 加标样	
		测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
Cd	0.030	0.131	101	0.324	97.9	1.00	97.0
Pb	0.084	0.343	103	0.827	99.0	2.50	96.6
As	0.153	0.837	91.2	2.41	100.3	7.23	94.4
Hg	0.132	0.278	97.3	0.555	94.0	1.62	99.2
Co	0.053	0.297	97.7	0.785	97.6	2.37	92.7
V	0.157	0.644	97.4	1.54	92.2	4.91	95.1
Ni	0.309	1.33	102	3.20	96.4	9.96	96.5
Li	22.0	32.2	81.6	56.5	92.0	139	93.6
Sb	0.222	4.66	98.6	13.3	96.9	43.8	96.8
Cu	0.033	15.0	99.8	43.9	97.5	143	95.3

2.4 分析精密度考察

对 0.1J、0.3J、1.0J 浓度的加标样品连续测定 6 次，计算各元素测定结果的 RSD (%)，结果见表 5。各元素不同浓度加标样品连续 6 次测定结果 RSD 不大于 3.03%，分析精密度良好。

表 5 各元素测定结果精密度

元素	测定结果精密度 RSD (% , n=6)		
	0.1 J 加标样	0.3 J 加标样	1.0 J 加标样
Cd	2.69	2.68	1.76
Pb	1.36	1.28	0.69
As	2.69	1.98	1.96
Hg	6.46	1.27	0.89
Co	2.06	1.07	1.78
V	1.35	3.03	2.05
Ni	2.38	0.89	1.38
Li	2.11	0.69	1.00
Sb	1.12	0.87	0.93
Cu	1.79	0.97	1.29

■ 结论

本文使用岛津 ICPMS-2050 LF 电感耦合等离子体质谱仪，调用软件预设方法后使用在线气体稀释的方式直接进样测定了氯化钠注射液中重金属元素的含量，验证了岛津 ICP-MS 产品在氯化钠注射液中重金属元素测定中的适用性。不同浓度加标回收率结果均满足 70~150% 的回收率要求，各元素不同浓度加标样品连续 6 次测定结果 RSD 不大于 3.03%。

岛津应用云

