

ICP-MS 法测定滴眼液中苯扎溴铵含量

ICPMS-219

摘要：苯扎溴铵 ($C_{21}H_{38}BrN$) 是常见的消毒防腐药，在滴眼液中常作为辅料使用且有明确的含量标识，快速准确的测定滴眼液中苯扎溴铵的含量非常重要。本文使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列建立了稀释后直接测定滴眼液中溴元素含量后计算苯扎溴铵含量的方法，方法操作简单、测定结果准确，可满足滴眼液中苯扎溴铵含量测试的需求。

关键词：ICP-MS 辅料 苯扎溴铵

技术特点：

- ❖ 样品稀释后直接测试，方法简单、测定结果准确。
- ❖ 岛津 ICPMS-2030 系列通过采用微型炬管、Eco 模式和工业氦气，可大幅减少运行成本。

苯扎溴铵 ($C_{21}H_{38}BrN$) 主要用作消毒防腐药，可用于皮肤、粘膜、伤口、物品表面和室内环境消毒，在医药、化妆品及水处理杀菌与消毒等领域有广泛的应用。

苯扎溴铵常作为辅料在滴眼液中使用，目前常见的测定滴眼液中苯扎溴铵含量方法主要是高效液相色谱法，《中国药典》2020 年版左氧氟沙星滴眼液中规定：“如使用苯扎溴铵作为防腐剂，照高效液相色谱法（通则 0512）测定”，同时规定，苯扎溴铵测定结果应为标示量的 80.0%~120.0%。由于滴眼液成分复杂，测

试时需要考虑目标成分分离度等问题。作为医药领域常见的元素分析仪器，当滴眼液中其它组分不含溴元素时，电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）可通过分析滴眼液中溴元素的含量，直接得到苯扎溴铵浓度，同时 ICP-MS 法还具有线性范围宽、灵敏度高等优势。

本文采用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列测定了某滴眼液中溴元素的含量，计算了滴眼液中辅料苯扎溴铵含量。结果表明，标准曲线线性良好，准确度高，精密度好，可满足滴眼液中苯扎溴铵含量测试的要求。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1 所示。

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	0.70 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	采样锥 / 截取锥	铜锥
碰撞气流速	6 mL/min	碰撞气体	He
能量过滤器电压	7.0 V	池电压	-21 V

1.3 样品前处理

移取 0.5 mL 样品加入 50 mL 容量瓶，纯水定容至刻度，即为待测样品。

移取 0.5 mL 样品加入 50 mL 容量瓶，加入适当体积的 Br 高浓度标准溶液，纯水定容至刻度，即为加标样品。

配制 500 $\mu\text{g/L}$ 的 Ge 作为内标溶液，在线引入内标并以 ^{74}Ge 进行内标校正。

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

测试使用的滴眼液中苯扎溴铵标示量为 0.03 mg/mL，即 30 mg/L，此时 Br 元素含量为 6.23 mg/L。经稀释后待测样品溶液中溴元素含量应为 62.3 $\mu\text{g/L}$ 。使用纯水稀释溴元素标准溶液配制 0.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100.0 $\mu\text{g/L}$ 、200.0 $\mu\text{g/L}$ 的溴元素标准液。溴元素的标准曲线见图 1，相关系数 $r=0.99984$ 。

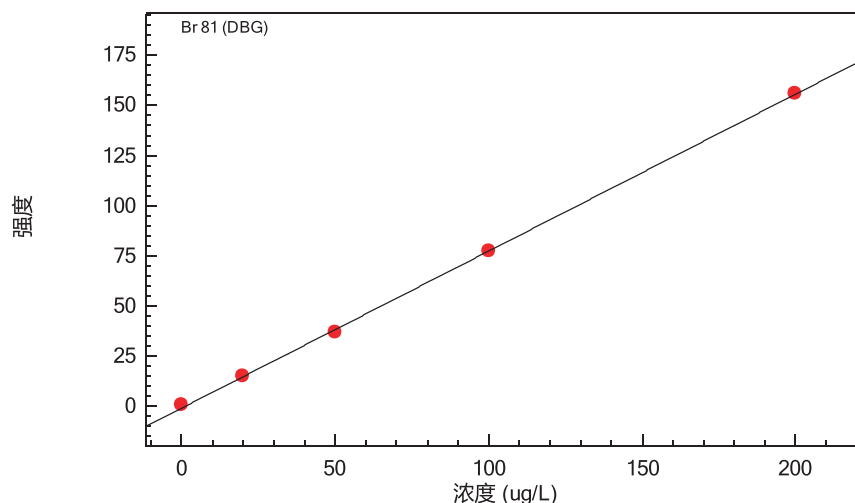


图 1 溴元素标准曲线

2.2 检出限考察

使用样品空白溶液测定 11 次，分别以浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。以移取样品 0.5 mL 后定容至 50 mL，计算方法检出限和定量限，结果见下表 2 所示。方法检出限满足测试需求。

表 2 检出限与定量限

元素	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	仪器定量限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法定量限 ($\mu\text{g/L}$)
^{81}Br	0.4	1.3	40	130

2.3 样品分析结果

对滴眼液进行测定，并按照 30.0 $\mu\text{g/L}$ 、60.0 $\mu\text{g/L}$ 、120.0 $\mu\text{g/L}$ 滴眼液中溴元素浓度在稀释过程中进行加标回收验证，溴元素样品及加标回收测定结果见表 3。

样品中溴含量测定结果为 6.44 mg/L，计算得到苯扎溴铵含量为 31.0 mg/L，为标示量的 103%，符合标示量 80%~120% 的准确度要求。不同浓度加标回收率在 93.8%~112.0% 之间回收率良好。

表 3 原料药样品及加标样分析结果

样品测试浓度 (μg/L)	样品含量 (mg/L)	加标浓度 (μg/L)	加标样测定浓度 (μg/L)	RSD (% , n=3)	回收率 (%)
		30.0	98.0	1.38	112
64.4	6.44	60.0	127	0.69	104
		120	177	2.21	93.8

■ 结论

使用纯水稀释滴眼液样品后，使用 ICPMS-2030 系列建立了测试滴眼液中苯扎溴铵含量的方法。该方法检出限低，准确度高，苯扎溴铵测定结果为标示量的 103%，符合要求，溴元素加标回收率在 93.8~112% 之间，适合滴眼液中苯扎溴铵含量测试。

岛津应用云

