

电感耦合等离子体发射光谱法测定右旋糖酐铁重金属元素中的电离干扰及抑制方法

马超^{1,2}, 米楠^{1,2}, 房思萌^{1,2}, 臧可昕^{1,2}, 苏慕君^{1,2*}

1. 天津药物研究院 制剂中心, 天津 300193

2. 天津药物研究院释药技术与药代动力学国家重点实验室, 天津 300193

摘要: **目的** 建立用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定右旋糖酐铁中铅、镉、砷、汞、钴、钒、硒、钼8种重金属元素的分析方法。**方法** 通过检测波长考察, 仪器参数优化, 校正光谱干扰, 验证电离干扰并考察抑制方法, 测定8种重金属元素的量。**结果** 抑制电离干扰, 待测元素回收率提高5%~10%, 方法准确度良好, 加样回收率在95.7%~101.1%, 方法精密度高(RSD<3.6%, $n=6$)。各待测元素线性关系良好, 相关系数均大于0.999, 检出限为0.15~8.09 ng/mL, 定量限为0.46~24.26 ng/mL。**结论** 方法准确度高、灵敏度高、迅速可靠, 可用于右旋糖酐铁中8种重金属元素的测定。

关键词: 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES); 电离干扰; 右旋糖酐铁

中图分类号: R917

文献标志码: A

文章编号: 1674-6376(2017)04-0506-07

DOI: 10.7501/j.issn.1674-6376.2017.04.013

Ionization interference and its suppressing in determination of heavy metal elements in iron dextran by inductively coupled plasma optical emission spectrometry

MA Chao^{1,2}, MI Nan^{1,2}, FANG Si-meng^{1,2}, ZANG Ke-xin^{1,2}, SU Mu-jun^{1,2}

1. Centre of Pharmaceutics, Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, Tianjin 300193, China

2. State Key Laboratory of Drug Delivery Technology and Pharmacokinetics, Tianjin Institute of Pharmaceutical Research, Tianjin 300193, China

Abstract: Objective To establish a method for the determination of eight heavy metal elements of Pb, Cd, As, Hg, Co, V, Se, Mo in iron dextran by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES). **Method** Through selection of detection wavelengths, optimization of instrument parameters, correction of spectral interference, verification of ionization interference and investigation of suppression methods, the eight heavy metal elements were analyzed by ICP-OES. **Results** The recovery rate of the detected elements increased 5% to 10% by suppression of ionization interference. The accuracy of the method was good. The spiked recovery rates of the detected elements were from 95.7% to 101.1%. The precision of the method were good (RSD < 3.6%, $n=6$). The linearities of the detected elements were good, and the correlation coefficients were all greater than 0.999. The detection limits were from 0.15 to 8.09 ng/mL. The quantization limits were from 0.46 to 24.26 ng/mL. **Conclusion** The method was accurate, sensitivity, rapid and reliable, which can be applied to the determination of contents of eight heavy metal elements in iron dextran.

Key words: inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES); ionization interference; iron dextran

右旋糖酐铁是一种临床效果显著的抗贫血药物, 主要用于治疗慢性失血、营养不良、慢性肾病等引起的贫血^[1-3]。右旋糖酐铁为金属络合物药物, 重金属元素的残留需重点关注^[4]。人用药品注册技术要求国际协调会(ICH)颁布的Q3D提出重金属元素杂质分类要求和残留限度^[5], 规定了各元素的

允许日暴露量(PDE), 其中1类和2A类重金属元素因具有明显毒性被评估为高风险元素, 元素分类和允许日暴露量见表1。

电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)是ICH推荐的重金属检查方法之一, 具有快速、准确、灵敏的特点^[6-7]。本研究通过实验验证了ICP-OES

收稿日期: 2016-12-21

作者简介: 马超(1984—), 男, 硕士, 助理研究员, 主要从事药物质量研究。Tel: 18722043988 E-mail: mac@tjipr.com

*通信作者 苏慕君, 女, 本科, 副研究员, 药物制剂和药物质量研究方向项目负责人。Tel: 23006880 E-mail: sumj@tjipr.com

表1 高风险元素分类和允许日暴露量

Table 1 Classification and permitted daily exposures for high risk assessment elemental impurities

分 类	元 素	允许日暴露量 ($\mu\text{g}\cdot\text{d}^{-1}$)	允许浓度/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	风险评估
1	铅	5	0.5	高风险
	镉	5	0.5	必须进行
	砷	15	1.5	风险评估
	汞	40	4.0	
2A	钴	50	5.0	高风险
	钒	120	12	必须进行
	硒	170	17	风险评估
	钼	180	18	

法测定右旋糖酐铁样品存在电离干扰,并考察了电离干扰的抑制方法。建立了 ICP-OES 法测定右旋糖酐铁中 8 种重金属元素的分析方法,抑制了电离干扰,得出准确可靠的测定结果,为右旋糖酐铁的质量控制和临床安全用药提供依据。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Agilent 5100 电感耦合等离子体发射光谱仪(美国安捷伦科技有限公司);AL104 型电子天平(瑞士梅特勒公司);移液枪(德国爱芬道夫公司);SB-5200D 超声仪(宁波新芝科技有限公司);玻璃仪器均用 20%硝酸溶液浸泡过夜,并用超纯水冲洗干净;载气为 99.99%高纯氩气。

1.2 试剂

标准溶液:铁(10 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ GNM-SFE-001-2013)、铅(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ GSB04-1742-2004)、镉(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ GSB04-1721-2004)、砷(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ GSB04-1714-2004)、汞(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ GSB04-1729-2004)、钴(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ GSB04-1722-2004)、钒(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ GSB04-1759-2004)、硒(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ GSB04-1751-2004)、钼(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ GSB04-1737-2004)单元素标准溶液均由国家有色金属及电子材料分析测试中心提供。硝酸(色谱纯,科密欧公司);实验用水为 18.2 M Ωcm 超纯水。

2 方法与结果

2.1 检测波长的考察

分别配制铁、铅、镉、砷、汞、钴、钒、硒、钼元素的标准溶液,右旋糖酐铁和 8 种待测元素的混合溶液,考察各元素在不同波长下的特征发射光谱图。选择各待测元素的特征发射光谱波长作为检

测波长,且满足各元素受光谱干扰较小,元素发射光谱强度强。确定检测波长为:铅 220.353 nm、镉 228.802 nm、砷 188.980 nm、汞 194.164 nm、钴 231.497 nm、钒 327.612 nm、硒 196.026 nm、钼 287.151 nm。

2.2 仪器工作条件的考察

观测方式影响发射光谱的信号强度和检测灵敏度;高频入射功率、雾化气体积流量、泵速会影响多原子离子产率,从而对信号强度和相对偏差产生影响。为提高信号强度,降低干扰,提高分析灵敏度,需对仪器工作参数进行优化。考察各待测元素,分别在轴向和径向观测方式下,在不同高频入射功率、等离子气体积流量、泵速下比较信号强度及信噪比。确定最优观测方式为轴向,高频入射功率为 1.3 kW,雾化气流速为 0.7 L/min,泵速为 10 r/min。

2.3 光谱干扰校正的考察

在 ICP-OES 光源中,铁元素约有 4 000 条谱线,右旋糖酐铁样品中铁的质量分数约 25%,谱线展宽显著,几乎不可避免与待测元素的分析谱线发生叠加,产生光谱干扰。采用 IEC 法校正光谱干扰,通过对待测元素和铁元素的标准样品分别进行测定,用所得到的谱图数据进行图形解析,将铁元素的光谱信号从表观光谱信号中扣除,从而将待测元素光谱信号分辨出来以达到校正目的。

精密量取铁元素标准溶液适量,用 2%硝酸溶液稀释制成含铁 2 500、5 000、7 500、10 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的系列浓度标准溶液,绘制铁元素工作曲线。分别精密量取铅、镉、砷、汞、钴、钒、硒、钼元素标准溶液适量,配制系列浓度标准溶液,绘制待测元素工作曲线。取铁、铅、镉、砷、汞、钴、钒、硒、钼单元素标准溶液适量,置同一量瓶中,用 2%硝酸溶液稀释制成含铁 7 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$,含 8 种待测元素浓度相当于限定的 50%、100%、150%的溶液各 3 份,作为回收率样品溶液。在各元素的选定检测波长下,分别测定铁元素、待测元素和回收率样品溶液,进行图形解析,分辨铁元素光谱信号和待测元素光谱信号,扣除光谱干扰。回收率测定结果见表 2,回收率在 88.7%~101.3%,RSD ($n=9$) 小于 3.5%,采用 IEC 法可以校正光谱干扰。

2.4 电离干扰的考察

等离子体中热力学原子化和激发化的电离过程遵守 Saha 方程,其电离度与电子密度的关系表达式为 $M \rightleftharpoons M^+ + e$, M 、 M^+ 分别是等离子体中元素的原

表2 IEC法校正光谱干扰回收率测定结果

Table 2 Recoveries of IEC method

元素	回收率/%	RSD/%
铅	91.5	2.04
镉	93.1	1.44
砷	88.7	1.37
汞	89.2	3.47
钴	91.9	1.57
钒	99.1	1.65
硒	90.3	2.19
钼	101.3	1.35

子和离子,当易电离元素引入时,由于它电离电位低,有较大分数的原子电离,释放过量电子,导致待测元素发射空间分布的移动,待测元素的电离平衡改变,从而影响等离子体中原子线和离子线的强度^[8]。铁元素是一种易电离元素,会减弱待测元素信号,产生电离干扰。

精密量取铅、镉、砷、汞、钴、钒、硒、钼元素标准溶液,每种元素中分别加入系列量的铁标准溶液,配制待测元素与铁元素的混合溶液作为供试品溶液,配制方法见表3,测定各待测元素回收率,结果见图1。

随铁元素浓度的增加,铁元素对铅、镉、砷、汞、钴、硒元素信号产生约10%的减弱作用,“2.3”

项下测得铅、镉、砷、汞、钴、硒元素的回收率约为90%,回收率偏低是由于铁元素的电离干扰导致。

2.5 电离干扰抑制方法的考察

锂和铯等碱金属元素电荷密度大,易极化其他的分子或离子,本身却不容易受到极化影响。在受到电离干扰的样品中加入锂或铯元素,可以影响易电离元素的电离平衡,减少易电离元素的原子电离,减小易电离元素对待测元素发射空间分布的影响,从而抑制信号减弱作用。

精密量取铅、镉、砷、汞、钴、钒、硒、钼元素标准溶液,每种元素中加入铁标准溶液及系列量的锂或铯标准溶液,配制待测元素、铁元素与锂或铯元素的混合溶液作为供试品溶液,配制方法见表4,测定各待测元素回收率,结果见表5。锂比铯抑制电离干扰的能力更强,铅、镉、砷、汞、钴、硒元素的回收率提高了5%~10%,加入100 μg/mL的锂元素可以抑制右旋糖酐铁样品受到的电离干扰。

2.6 样品溶液的配制

2.6.1 溶媒 精密量取锂元素标准溶液适量,用2%硝酸溶液稀释制成100 μg/mL的溶液作为溶媒。

2.6.2 空白溶液 取溶媒作为空白溶液。

2.6.3 铁标准溶液的配制 精密量取铁元素标准溶液适量,用溶媒稀释制成含铁2 500、5 000、7 500、10 000 μg/mL的系列浓度铁标准溶液。

表3 供试品溶液配制方法

Table 3 Preparation method of test solutions

系列	元素	配制质量浓度/(μg·mL ⁻¹)							
1#	铅	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015
	铁	10	50	100	500	1 000	5 000	7 500	10 000
2#	镉	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015
	铁	10	50	100	500	1 000	5 000	7 500	10 000
3#	砷	0.045	0.045	0.045	0.045	0.045	0.045	0.045	0.045
	铁	10	50	100	500	1 000	5 000	7 500	10 000
4#	汞	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12
	铁	10	50	100	500	1 000	5 000	7 500	10 000
5#	钴	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
	铁	10	50	100	500	1 000	5 000	7 500	10 000
6#	钒	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36
	铁	10	50	100	500	1 000	5 000	7 500	10 000
7#	硒	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51
	铁	10	50	100	500	1 000	5 000	7 500	10 000
8#	钼	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54
	铁	10	50	100	500	1 000	5 000	7 500	10 000

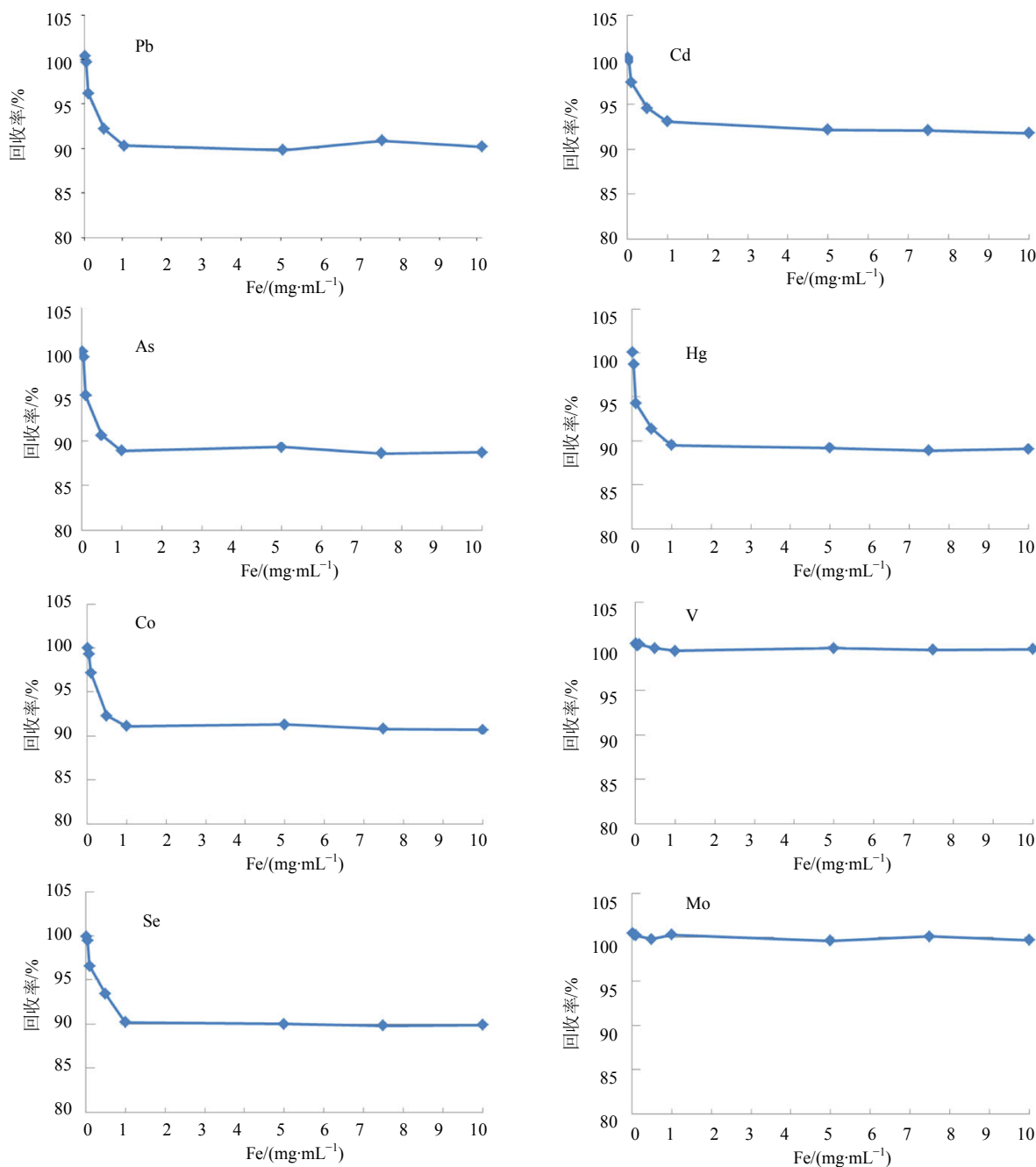


图1 各元素回收率与铁元素质量浓度关系图

Fig. 1 The relationship between Pb, Cd, As, Hg, Co, V, Se, Mo recovery rate and Fe concentration

2.6.4 待测元素标准贮备液的配制 分别精密量取铅、镉、砷、汞、钴、钒、硒、钼元素标准溶液适量,置同一量瓶中,用溶媒稀释制成含铅 0.15、镉 0.15、砷 0.45、汞 1.2、钴 1.5、钒 3.6、硒 5.1、钼 5.4 $\mu\text{g/mL}$ 的混合对照品溶液,作为标准贮备液。

2.6.5 待测元素标准溶液的配制 精密量取标准贮备液适量,用溶媒稀释制成含铅 0.006、0.015、0.021、

0.03、0.15 $\mu\text{g/mL}$, 镉 0.006、0.015、0.021、0.03、0.15 $\mu\text{g/mL}$, 砷 0.018、0.045、0.063、0.09、0.45 $\mu\text{g/mL}$, 汞 0.048、0.12、0.168、0.24、1.2 $\mu\text{g/mL}$, 钴 0.06、0.15、0.21、0.3、1.5 $\mu\text{g/mL}$, 钒 0.144、0.36、0.504、0.72、3.6 $\mu\text{g/mL}$, 硒 0.204、0.51、0.714、1.02、5.1 $\mu\text{g/mL}$, 钼 0.216、0.54、0.756、1.08、5.4 $\mu\text{g/mL}$ 的系列浓度待测元素标准溶液。

表 4 供试品溶液配制方法
Table 4 Preparation method of test solutions

系列	元素	配制质量浓度/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)								
1#	铅	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015
	铁	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500
	锂	0	10	50	100	500	0	0	0	0
	铈	0	0	0	0	0	10	50	100	500
2#	镉	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015
	铁	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500
	锂	0	10	50	100	500	0	0	0	0
	铈	0	0	0	0	0	10	50	100	500
3#	砷	0.045	0.045	0.045	0.045	0.045	0.045	0.045	0.045	0.045
	铁	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500
	锂	0	10	50	100	500	0	0	0	0
	铈	0	0	0	0	0	10	50	100	500
4#	汞	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12
	铁	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500
	锂	0	10	50	100	500	0	0	0	0
	铈	0	0	0	0	0	10	50	100	500
5#	钴	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
	铁	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500
	锂	0	10	50	100	500	0	0	0	0
	铈	0	0	0	0	0	10	50	100	500
6#	钒	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36
	铁	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500
	锂	0	10	50	100	500	0	0	0	0
	铈	0	0	0	0	0	10	50	100	500
7#	硒	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51
	铁	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500
	锂	0	10	50	100	500	0	0	0	0
	铈	0	0	0	0	0	10	50	100	500
8#	钼	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54
	铁	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500	7 500
	锂	0	10	50	100	500	0	0	0	0
	铈	0	0	0	0	0	10	50	100	500

2.6.6 供试品溶液的配制 取右旋糖酐铁研细粉约 300 mg, 精密称定, 置 10 mL 量瓶中, 加溶媒适量, 超声 15 min 使溶解, 放至室温, 加溶媒至刻度, 摇匀。

2.7 测定法

在仪器最优化的条件下, 分别测定空白溶液、铁标准溶液、待测元素标准溶液和供试品溶液。扣除空白, 校正光谱干扰, 采用锂元素抑制电离干扰, 以外标曲线法计算各待测元素的量。

2.8 方法学验证

2.8.1 线性关系 取“2.6.5”项下配制的待测元素标准溶液, 以溶媒为空白溶液, 测定系列浓度的标

准溶液, 以各待测元素强度为纵坐标, 浓度为横坐标, 绘制标准曲线。各元素的线性回归方程、相关系数和线性范围数据见表 6, 结果表明铅、镉、砷、汞、钴、钒、硒、钼 8 种重金属元素的标准曲线线性关系良好, 相关系数均在 0.999 以上。

2.8.2 检出限与定量限 取空白溶液连续进样 11 次测定强度, 以空白溶液强度的 3 倍标准偏差 (3SD) 所对应的各元素浓度作为检测限; 以空白溶液强度的 10 倍标准偏差 (10SD) 所对应的各元素浓度作为定量限。检出限与定量限结果见表 6, 各元素的检出限与定量限均能满足分析要求。

表5 抑制电离干扰测定回收率结果
Table 5 Recoveries of suppressing ionization interference

待测元素	抑制干扰元素	回收率/%				
		0 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	10 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	50 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	100 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	500 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$
铅	锂	91.3	91.4	95.5	96.7	96.5
	铯	91.3	91.2	93.4	94.3	94.2
镉	锂	92.9	93.0	96.8	99.6	99.7
	铯	92.9	93.1	95.2	99.4	99.5
砷	锂	88.8	89.1	90.6	97.5	97.3
	铯	88.8	90.2	93.4	97.7	97.6
汞	锂	88.9	91.5	93.1	96.2	96.4
	铯	88.9	90.8	93.6	95.9	96.1
钴	锂	91.6	93.4	96.8	97.1	97.0
	铯	91.6	92.8	95.3	97.3	97.4
钒	锂	99.4	99.9	100.2	99.6	99.8
	铯	99.4	99.5	99.3	99.6	99.5
硒	锂	90.5	93.3	99.6	99.8	100.1
	铯	90.5	90.4	91.3	92.5	92.4
钼	锂	100.2	99.6	99.8	99.9	100.2
	铯	100.2	100.3	99.7	100.1	99.7

表6 线性回归方程、相关系数和线性范围
Table 6 Linear regression equations, correlation coefficients and linearity range

元素	线性回归方程	<i>r</i>	线性范围/ $(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$	检出限/ $(\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1})$	定量限/ $(\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1})$
铅	$y = 3\,027.6x + 3.065\,1$	0.999 4	0 ~ 0.15	0.50	1.51
镉	$y = 26\,503x - 0.265\,2$	0.999 3	0 ~ 0.15	0.32	0.96
砷	$y = 1033.4x + 1.265\,1$	0.999 4	0 ~ 0.45	4.10	12.31
汞	$y = 3762.5x - 0.281\,5$	0.999 5	0 ~ 1.2	2.33	6.98
钴	$y = 3\,190.4x + 20.223$	0.999 8	0 ~ 1.5	0.25	0.74
钒	$y = 39\,655x + 180.62$	0.999 8	0 ~ 3.6	0.15	0.46
硒	$y = 1\,396.4x + 10.251$	0.999 1	0 ~ 5.1	8.09	24.26
钼	$y = 12\,179x - 58.642$	0.999 2	0 ~ 5.4	0.66	1.97

2.8.3 精密度 取右旋糖酐铁 T1607042 批样品 6 份, 每份约 300 mg, 精密称定, 置 10 mL 量瓶中, 按照“2.6.6”项下方法配制供试品溶液, 分别测定, 计算各待测元素含量和 RSD 值, 结果各待测元素含量的 RSD 值在 0.53%~3.52%, 方法精密度良好。

2.8.4 加标回收率 取右旋糖酐铁 T1607042 批样品 9 份, 每份约 300 mg, 精密称定, 置 10 mL 量瓶中。其中 3 份精密加入“2.6.4”项下的标准贮备液 0.5 mL, 3 份精密加入标准贮备液 1.0 mL, 3 份精密加入标准贮备液 1.5 mL, 置 10 mL 量瓶中, 加溶媒适量, 超声 15 min 使样品溶解, 放至室温, 加溶媒至刻度, 摇匀。分别相当于加入各元素限度浓度的 50%、100%、150%。取以上 9 份溶液, 分别测定, 计算各元素回收率和 RSD 值, 结果各元素的加标回收率在 95.7%~101.1%, RSD 小于 3.6%, 方法准确度良好。

2.8.5 样品测定 取 6 个批次的右旋糖酐铁样品, 按照“2.6”项下方法, 测定铅、镉、砷、汞、钴、钒、硒、钼 8 种重金属元素的量, 结果见表 7, 其中 T1604061、T1604071 批铅元素超限, 其他批次 8 种重金属元素含量均符合要求。

3 讨论

3.1 光谱干扰

光谱干扰为 ICP-OES 法分析中的常见干扰。在 ICP 等离子体光源中, 物质原子和离子的热运动使发射谱线具有一定的宽度, 当分析谱线和干扰谱线存在重叠时, 即产生光谱干扰。通过对比铁元素光谱图、待测元素光谱图及铁和待测元素混合溶液光谱图, 发现铁元素与待测元素谱线重叠, 存在光谱干扰。光谱干扰具有加合性, 可以通过扣除干扰物信号, 将待测物信号分辨出来达到校正目的。本研究通过对待测元素的表现光谱信号进行复原分解,

表 7 样品测定结果
Table 7 Determination results of samples

元素	限度/(ng·mL ⁻¹)	质量浓度/(ng·mL ⁻¹)					
		T1604061	T1604071	T1607042	T1607151	T1608112	T1608232
铅	15	22.8	23.9	9.1	9.4	7.7	8.1
镉	15	5.4	5.3	5.1	5.4	5.1	5.3
砷	45	28.8	28.3	28.1	28.2	27.8	27.5
汞	120	11.6	12.1	10.9	10.7	9.9	9.6
钴	150	120.9	122.5	107.5	106.8	98.3	95.3
钒	360	63.5	64.6	62.2	61.3	59.7	60.4
硒	510	45.4	45.8	44.1	41.9	41.5	42.0
钼	540	80.9	79.9	80.7	79.0	78.5	79.8

分辨出背景基线、铁干扰谱线和待测元素分析谱线，扣除铁的干扰信号，从而校正了光谱干扰。

3.2 电离干扰

当样品中存在高浓度的易电离元素时，即可能产生电离干扰，通常电离干扰会对待测物信号产生减弱效应。电离干扰机制较为复杂^[9]，对于不同待测元素，电离干扰的程度不尽相同；对于不同的易电离元素，抑制干扰的方法也有所区别。铁元素是一种易电离元素，本研究通过实验验证了铁元素对铅、镉、砷、汞、钴、硒元素信号会产生约 10% 的减弱作用，存在电离干扰。碱金属元素可对电离干扰产生抑制作用，通过考察不同浓度的锂和铯元素对铁电离干扰的作用，发现采用 100 μg/mL 的锂元素溶液作为溶媒，可以使待测元素回收率提高 5%~10%，抑制铁的电离干扰。

3.3 基线干扰

基线干扰是由标准品溶液和样品溶液之间的差异导致的。由于标准品和样品中溶解的固体种类、含量不同，使溶液的密度、黏度、表面张力不同，这些差异会影响 ICP 雾化效率，最终导致测定元素的响应信号增强或减弱。下一步的研究中，将考察基线干扰的影响及消除基线干扰的方法，进一步提高测定结果的准确度和精密度，为右旋糖酐铁的质量控制和安全性评价提供更为科学的依据。

参考文献

- [1] Besarab A, Amin N, Ahsan M, et al. Optimization of epoietin therapy with intravenous iron therapy in hemodialysis patients [J]. Am Soc Nephrol, 2000, 11(3): 530-538.
- [2] 张瑞刚. 维生素 C 联合右旋糖酐铁用于维持性血液透析的临床效果观察 [J]. 临床合理用药, 2015, 12(8): 9-10.
- [3] 张玉峰. 右旋糖酐铁口服液治疗婴幼儿营养性缺铁性贫血的疗效观察 [J]. 临床研究, 2014, 12(9): 80.
- [4] 陈阳, 金薇, 杨永健. 电感耦合等离子体发射光谱法在国内药物分析中的应用现状 [J]. 药物分析杂志, 2013, 33(6): 907-914.
- [5] Guideline for Elemental Impurities Q3D [S]. 2013.
- [6] 张玲帆, 王艳萍, 刘鑫, 等. ICP-OES 法快速检测药品中催化剂残留的 14 种重金属元素 [J]. 分析测试学报, 2012, 31(4): 475-479.
- [7] 马超, 房思萌, 米楠, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定右旋糖酐铁中 8 种重金属元素及光谱干扰的校正 [J]. 药物评价研究, 2017, 40(3): 335-340.
- [8] 刘坤杰, 李文军, 李建强, 等. ICP-AES 分析法中铁基体非光谱干扰效应的机理研究 [J]. 光谱学与光谱分析, 2011, 31(4): 1110-1114.
- [9] 陶锐, 高舸. 电感耦合等离子体-光发射光谱中抑制易电离元素干扰研究的进展 [J]. 理化检验: 化学分册, 2001, 37(10): 478-182.