

# 德国耶拿分析仪器股份公司

## 应用试验报告

试验名称: 原子吸收或发射光谱法测定药物中 Cs

使用仪器: ZEE nit700P+SFS6

应用工程师: 沙 德 仁

报告编号: AA-FL/SFS-4-2013-C



## 1 仪器

1.1 ZEE nit700P 原子吸收光谱仪: 8 灯座, 自动选择和对准光路; 单、双光束可选; 光谱带宽 0.2、0.5、0.8、1.2 nm 可调; 波长范围 190~900nm; 全息光栅, 刻线密度 1800 条/mm, 有效刻线面积 54×54mm; 宽范围光电倍增管检测器; 火焰、石墨炉无机械切换; 横向加热石墨炉, 瞬间升温速率 3000℃/S; 氘空心阴极灯或交流磁场塞曼背景校正; 二磁场、三磁场可选, 磁场强度可调。

1.2 SFS6 分段流动注射器。

## 2 试剂和材料

2.1 水: 超纯; 氩气、乙炔: 高纯。

2.2 氯化钾 (优级纯) 溶液: 10%; 氯化钾稀释溶液: 0.05g/9.0mL。

2.3 Cs 标准储备溶液: 1000 mg/L, 市售; Cs 标准系列溶液: 0.00、0.25、0.50、1.00、1.50 (mg/L), 0.5% KCl。



### 3 样品溶液的稀释

样品收到后即储于 0℃ 的冷藏冰箱中。用前取出放置室温后进行稀释。

BB102 的样品溶液分取 120 $\mu$ L 于 1.5mL 的塑料管中，加入 0.05g/9.0mL 的氯化钾稀释液 1080 $\mu$ L，摇匀；HGF1~HGF6 的样品溶液，因分取不出 100 $\mu$ L，经客户认定：当初取样是准确量取了 120 $\mu$ L，且密封良好，故直接加入 0.05g/9.0mL 的氯化钾稀释液 1080 $\mu$ L 进行稀释，摇匀。

### 4 仪器条件

#### 4.1 光谱仪条件

波长 (nm)	方法	光谱带宽 (nm)	灯电流 (mA)	乙炔流量 (L/h)	空气流量 (L/h)	燃烧头高度 (mm)	测定 次数
852.1	FAS	1.2	5	60	460	5	2
	FES	0.2	---				2

#### 4.2 分段流动注射参数

装载时间/s	注射时间/s	测两次提升量/mL	清洗时间/s	积分时间/s	积分模式
5	3	<1	10	15	峰高

### 5 测试记录

#### 5.1 FAS 法

##### 5.1.1 标准曲线



WinAAS Ver: 4.2.0 - Development ZEnit700P Tech: Flame - [Meth: Cs-AS-SFS6-2013...

## 校正

校正模式 | 条件 | 统计 | 浓度及单位 | 表格 | 校正曲线参数 | 单点重校

标样:				浓度	PKH			PKA		
No	名称	状态	Pos	mg/L	Abs	SD	RSD [%]	Abs	SD	RSD [%]
1	校正空白	(-)	###	0.000	0.000175	0.000450	256.7	-0.00385	0.007013	
2	标样1	(-)	###	0.250	0.01229	0.000283	2.303	0.05265	0.000976	
3	标样2	(-)	###	0.500	0.02462	0.000415	1.686	0.1063	0.000915	
4	标样3	(-)	###	1.000	0.04878	0.000853	1.749	0.2095	0.000763	
5	标样4*	(-)	###	1.500	0.07315	0.000266	0.364	0.3238	0.000843	

清除表格 设为重校 检查 单个测量  
删除行 参数 拟合曲线 -> Blindw.

关闭

### Cs

852.1 /Max

火焰

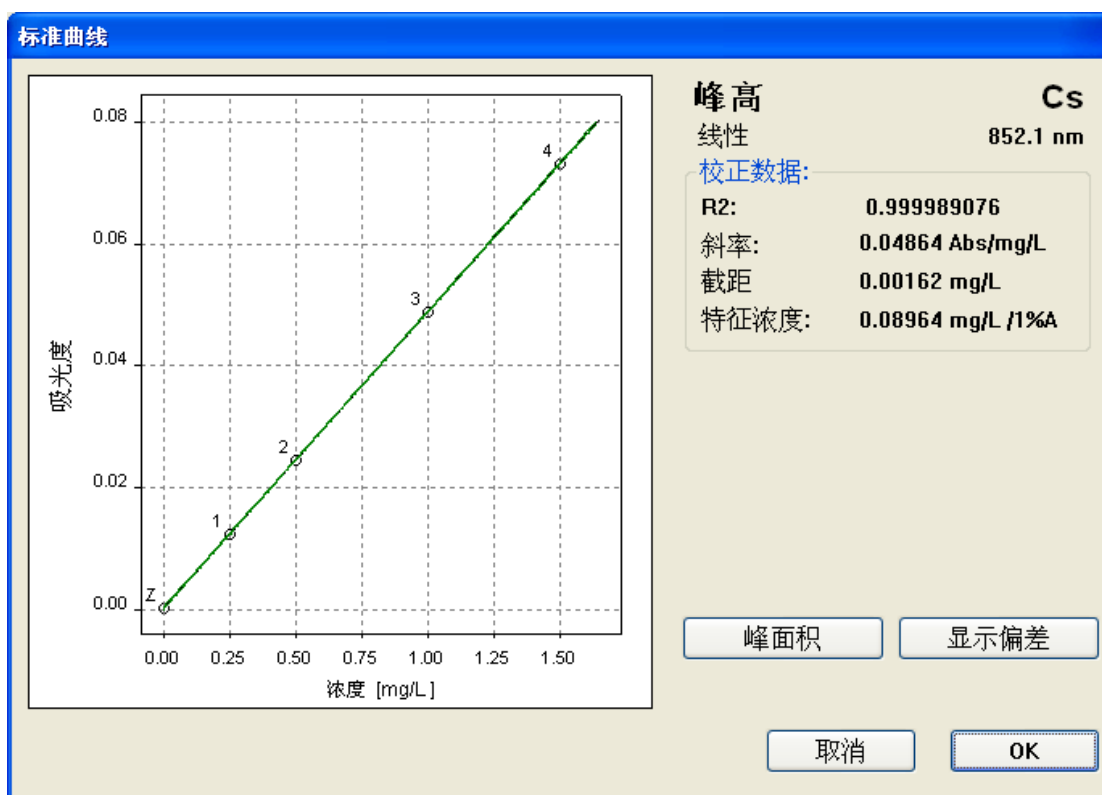
AZ

清洗 ->

刮擦器 ->

继续

开始/Abs



## 5.1.2 样品测试



WinAAS Ver: 4.2.0 - Development ZEEit700P Tech: Flame - [Meth: Cs-AS-SFS6-2013...

Samples - [Cs-AS-SFS6-20130617]

样品表格 | 浓度输出 | 样品编号 | 统计 | 多元素参数

No	*	位	名称 重量 名称	Measurement conc.					Notes
				Abs	mg/L	Cf	SD	RSD [%]	
6	*	###	H2O	0.000527	0.006964	0.005028	0.002272	32.62	>CAL
7	*	###	Blank	0.000775	0.01205	0.005015	0.001367	11.35	
8	*	###	BB102	0.01658	0.3371	0.004366	0.003847	1.141	
9	*	###	HGF1	0.2073	4.259	0.01654	0.06848	1.608	
10	*	###	HGF2	0.004182	0.08210	0.004847	0.001286	1.566	
11	*	###	HGF3	0.001287	0.02259	0.004989	0.000471	2.084	
12	*	###	1ppmCs	0.04931	1.010	0.004437	0.01885	1.866	
13	*	###							
14	*	###							
15	*	###							
16	*	###							
17	*	###							
18	*	###							
19	*	###							
20	*	###							

初始化表格 更改 装载 / 保存 查看各次值 最后的动作  
 删除结果 删除 工作区域 -> 校正表格 ☐ 关灯 ☐ 熄火  
 打印表格 插入 单个测量 显示序列 重新计算

输出: CSV 文件 剪贴板 关闭

**Cs**  
852.1 /Max  
火焰 AZ 清洗 -> 刮擦器 -> 继续 开始 浓度

## 5.1.3 积分图

### 5.1.3.1 标样 4 积分图

WinAAS Ver: 4.2.0 - Development ZEEit700P Tech: Flame - [Meth: Cs-AS-SFS6-2013...

Single values

No: 5 Cs Abs: 0.07315  
 Type: 标样4 852.1 nm SD: 0.00026 Date: 17.06.13  
 Name: Kal-Std4 Peak height RSD: 0.364 Time: 21:05:56

No	*	Pos	Weight mg	Abs H	Abs A	Mass ng	Notes
1	###			0.07334	0.3232		
2	###			0.07296	0.3244		

Delete line

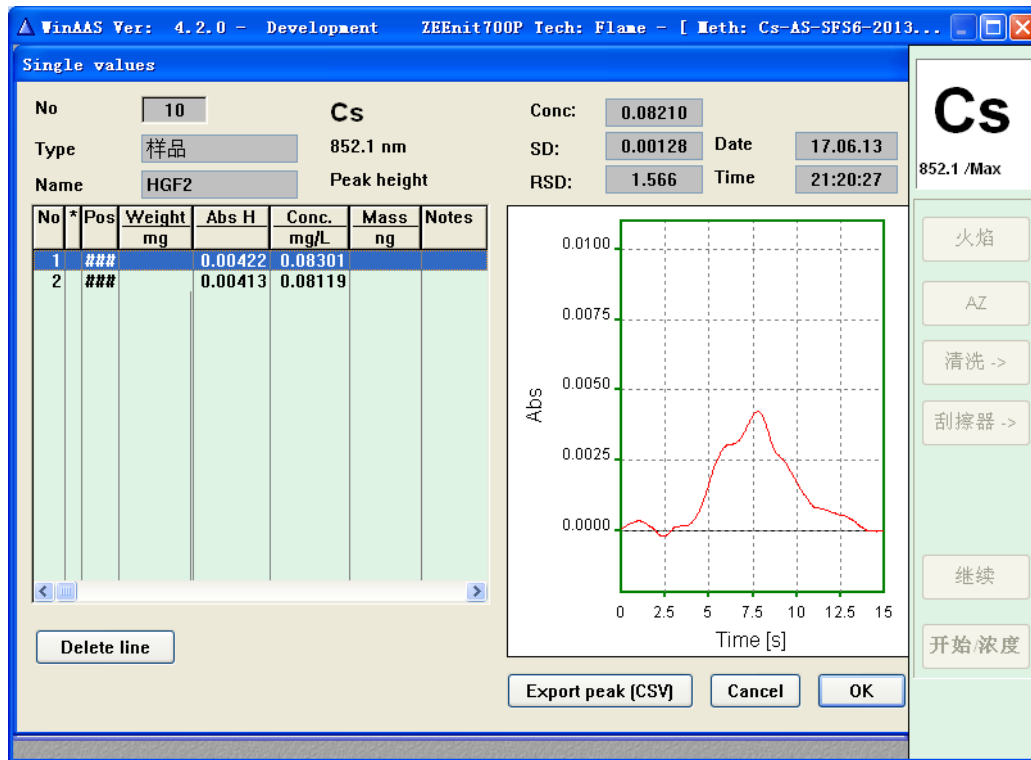
Abs vs Time [s] graph showing a peak at approximately 7.5 seconds.

Export peak (CSV) Cancel OK

**Cs**  
852.1 /Max  
火焰 AZ 清洗 -> 刮擦器 -> 继续 开始 浓度



### 5.1.3.2 HGF2 样品积分图



## 5.2 FES 法

### 5.2.1 标准曲线



WinAAS Ver: 4.2.0 - Applications/cookbook ZEnit700P Tech: Flame - [Meth: Cs-ES...

## 校正

校正模式 | 条件 | 统计 | 浓度及单位 | 表格 | 校正曲线参数 | 单点重校

No	名称	状态	Pos	浓度				Pkh				Pka			
				mg/L	Ems	SD	RSD [%]	Ems	SD	Ems	SD				
1	校正空白	(-)	###	0.000	0.03478	0.000953	2.742	0.2207	0.000529						
2	标样1	(-)	###	0.250	0.2059	0.006675	3.241	0.9408	0.00854						
3	标样2	(-)	###	0.500	0.3760	0.008374	2.227	1.684	0.00259						
4	标样3	(-)	###	1.000	0.6926	0.01114	1.608	3.029	0.0589						
5	标样4*	(-)	###	1.500	1.007	0.01959	1.945	4.404	0.0589						

清除表格 设为重校 检查 单个测量  
删除行 参数 拟合曲线 -> Blindw.

关闭

### Cs

852.1 /Max

火焰

AZ/AM

清洗 ->

刮擦器 ->

继续

开始/Ems

## 标准曲线

峰高 线性 Cs 852.1 nm

校正数据:

R2: 0.999319633

斜率: 0.64625 Ems/mg/L

截距: 0.01282 mg/L

特征浓度:

峰面积 显示偏差

取消 OK

## 5.2.2 样品测试



WinAAS Ver: 4.2.0 - Applications/cookbook ZEnit700P Tech: Flame - [Meth: Cs-ES...

Samples - [Cs-ES-SFS6-20130617]

样品表格 | 浓度输出 | 样品编号 | 统计 | 多元素参数

No	位	名称/重量 名称	Measurement conc.					Notes
			Ems	mg/L	Cf	SD	RSD [%]	
6	***	H2O	0.001161	-0.06509	0.04117	0.000072		< CAL
7	***	Blank	0.03117	-0.01866	0.04020	0.002527		< CAL
8	***	HGF4	1.481	2.225	0.06412	0.004751	0.214	> CAL
9	***	HGF5	1.481	2.225	0.06414	0.004475	0.201	> CAL
10	***	HGF6	0.04601	0.004309	0.03974	0.000424	9.834	
11	***	1ppmCs	0.6979	1.013	0.03506	0.01660	1.638	
12	***							
13	***							
14	***							
15	***							
16	***							
17	***							
18	***							
19	***							
20	***							

初始表格 更改 装载 / 保存 查看各次值 最后的动作

删除结果 删除 工作区域 -> 校正表格 ☐ 熄火

打印表格 插入 单个运行 显示序列 重新计算

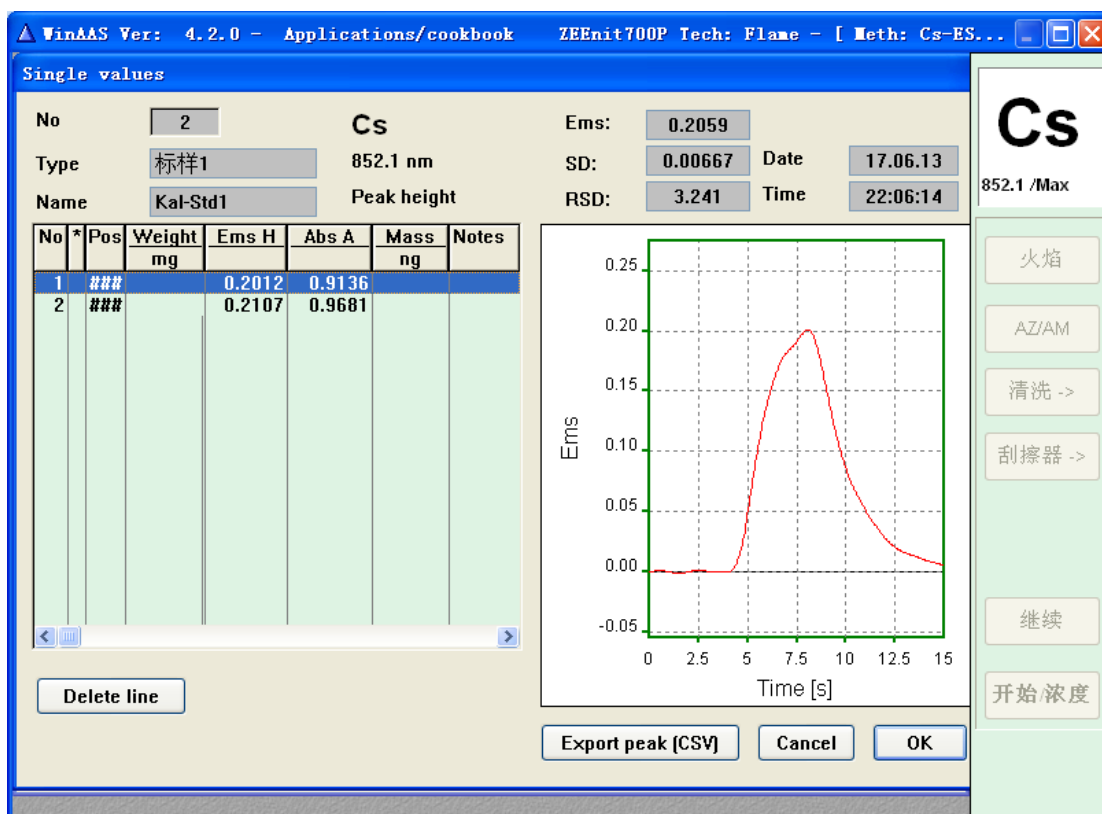
输出: CSV 文件 剪贴板 关闭

**Cs**  
852.1 /Max

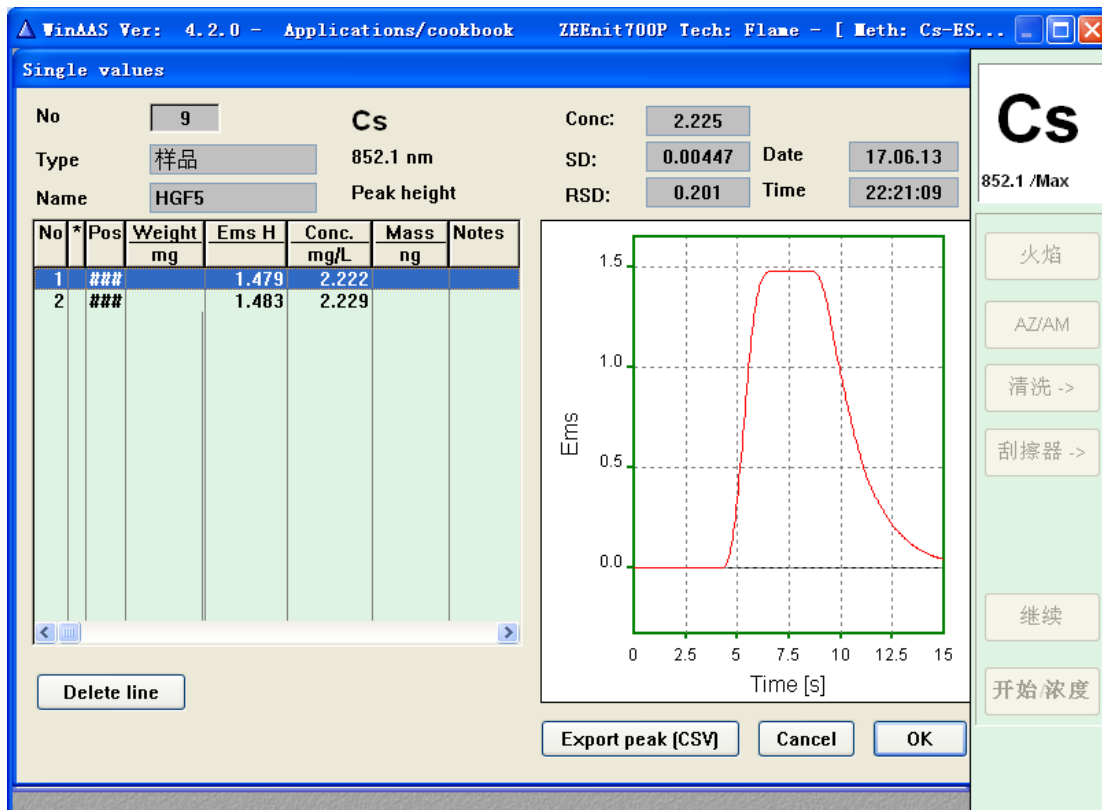
火焰  
AZ/AM  
清洗 ->  
刮擦器 ->  
继续  
开始 浓度

## 5.2.3 积分图

### 5.2.3.1 标样 1 积分图



5.2.3.2 HGF5 样品积分图



## 6 测试结果





样品名称	方法	浓度 (mg/L)	RSD (%)	稀释倍 数	结果 (mg/L)	结果 判定
BB102	FAS	0.3371	1.14	10	3.37	合格
HGF1		4.259	1.61	10	>>10	不合格
HGF2		0.0821	1.57	10	0.82	合格
HGF3		0.0226	2.08	10	0.23	合格
HGF4	FES	2.225	0.21	10	>>10	不合格
HGF5		2.225	0.20	10	>>10	不合格
HGF6		0.0043	9.83	10	<<10	合格

## 7 讨论

7.1 根据湖北人福药业公司提供的测试方法，尚无法确定是用火焰原子吸收法（FAS）还是用火焰原子发射法（FES），因样品量有限，无法皆用两种方法测定，故前 4 个样品用了 FAS 法，后 3 个样品用了 FES 法。

7.2 根据“加入  $K^+$  (KCl, 2.5g/L) 终浓度为 0.07mol/L”，KCl, 2.5g/L 即为 0.25%，加入  $K^+$  终浓度为 0.07mol/L，也就是  $0.07\text{mol/L} \times 39.1 = 2.7\text{g/L}$ ，即为 0.27%，存在矛盾。所以我们决定加入消电离剂 KCl 浓度为： $0.07\text{mol/L} \times 74.5 = 5.2\text{g/L}$ ，即约 0.5%。

7.3 标准曲线空白和样品空白为同一空白，即 0.5% KCl 溶液，故试液测定浓度未减空白。

7.4 从测试记录看，标准曲线的线性拟合系数  $>0.999$ ：FAS 法为 0.99999，FES 法为 0.9993； $RSD \leq 3\%$ ：FAS 法为 2.3%，FES 法为 3.2%。样品的 RSD：FAS 法  $\leq 2\%$ ，FES 法除浓度为 0.0043mg/L 的 RSD 为 9.8% 外，其他都小于 2%。1.00 mg/L 标准点测定的回收率 FAS 法为 101.0%，FES 法为 101.3%。可见仪器性能稳定，灵敏度高，所选方法参数正确，测定结果准确可靠。

7.5 结果中 HGF1、HGF4、HGF5 均远大于 10mg/L 的合格标准，HGF6 远小于 10mg/L，此 4 个样品比较离奇。其测试浓度远超出标准曲线的范围。故只能报出半定量结果。FES 法是以标线的最高点确定测量量程的，故 HGF4、



HGF5 的积分图出现了刀切的平峰，说明已溢出了。

7.6 碱金属 Cs 是极易用火焰原子吸收法或火焰原子发射法测定的元素。根据此样品浓度吸收法比发射法更好些。

2013 年 6 月 20 日 上海实验室

附录：湖北人福药业公司提供的测试方法

#### 残余氯化铯检查

火焰原子吸收分光光度法。样品中氯化铯残留量应小于 10mg/L。

仪器：日立偏振塞曼原子吸收分光光度计（Z-8000）

操作：取 100μL 样品溶于 900μL 水中，加入  $K^+$  (KCl, 2.5g/L) 终浓度为 0.07mol/L 后摇匀，吸入火焰中，以日立偏振塞曼原子分光光度计测定发射强度，用标准曲线法定量。