



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1507.1—2016

外科植入物用超高分子量聚乙烯粉 料中杂质元素的测定 第1部分： ICP-MS 法测定钛(Ti)元素含量

Determination the content of impurity element in the implant for surgery
ultra-high molecular weight polyethylene powder—Part 1: Determination of
titanium by ICP-MS

2016-07-29 发布

2017-06-01 实施

国家食品药品监督管理总局 发布



中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
外科植入物用超高分子量聚乙烯粉
料中杂质元素的测定 第1部分：
ICP-MS法测定钛(Ti)元素含量
YY/T 1507.1—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2017年4月第一版 2017年4月第一次印刷

*

书号: 155066·2-31488 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

YY/T 1507《外科植入物用超高分子量聚乙烯粉料中杂质元素的测定》分为以下四个部分：

- 第1部分：ICP-MS法测定钛(Ti)元素含量；
- 第2部分：离子色谱法测定氯(Cl)元素含量；
- 第3部分：ICP-MS法测定钙(Ca)元素含量；
- 第4部分：ICP-MS法测定铝(Al)元素含量。

本部分为 YY/T 1507 的第1部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

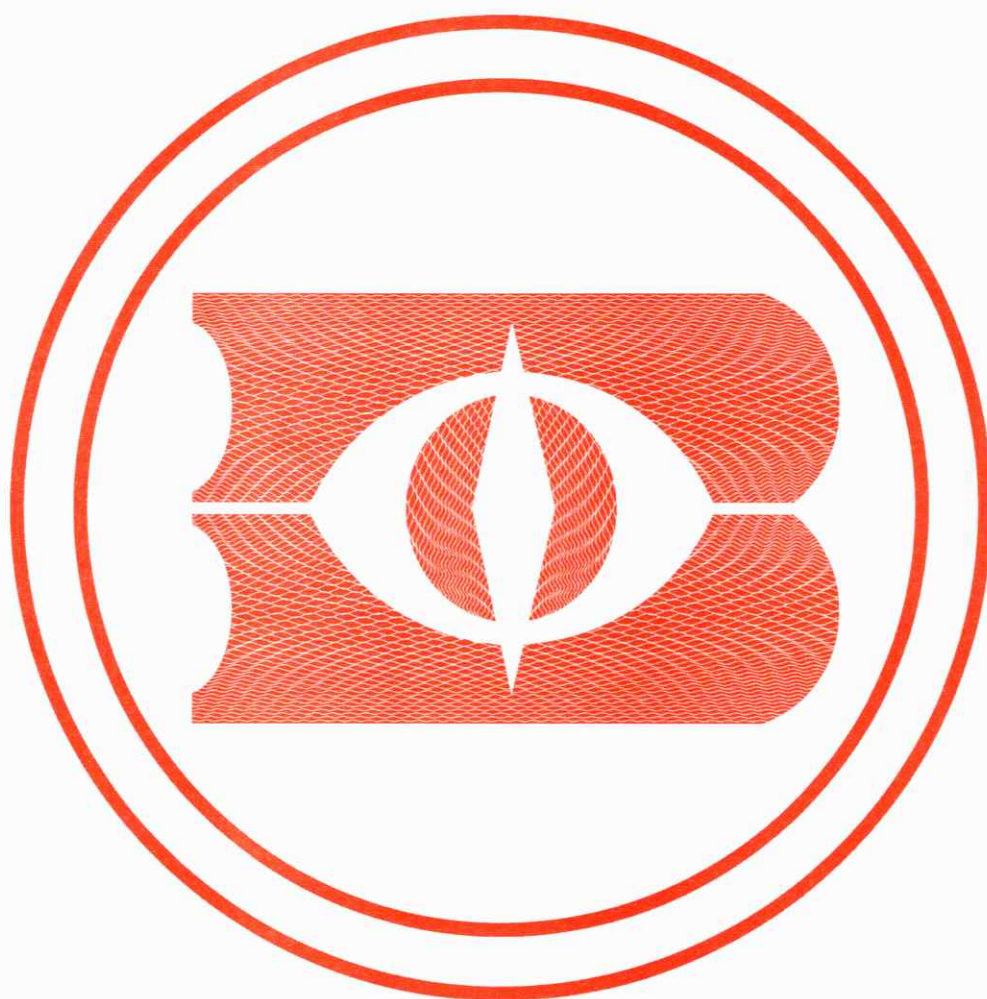
请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由国家食品药品监督管理总局提出。

本部分由全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会(SAC/TC 110)归口。

本部分起草单位：天津市医疗器械质量监督检验中心、国家食品药品监督管理局医疗器械技术审评中心。

本部分主要起草人：李沅、姜熙、马金竹、樊铂、刘斌、闵玥。



外科植入物用超高分子量聚乙烯粉 料中杂质元素的测定 第1部分： ICP-MS 法测定钛(Ti)元素含量

1 范围

YY/T 1507 的本部分规定了电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定超高分子量聚乙烯粉料中钛(Ti)元素的方法。

本部分适用于外科植入物用超高分子量聚乙烯粉料中钛(Ti)元素的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

样品经酸消化处理后,消解液经过雾化由载气(氩气)导入 ICP 炬焰中,经过蒸发、解离、原子化、电离等过程,大部分转化为带正电荷的正离子,经离子采集系统进入质谱仪,质谱仪根据其质荷比进行分离。对于一定的质荷比,质谱积分面积与进入质谱仪中的离子数成正比,即样品中待测物的浓度与质谱积分面积或质谱峰高成正比。因此可通过测量质谱积分面积或质谱峰高测定样品中钛(Ti)的浓度。

4 试剂

4.1 除另有规定外,仅使用确认为优级纯或更高纯度的试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 硝酸(HNO_3):质量分数为 65%,电子级。

4.3 钛标准储备液:100 $\mu\text{g/mL}$ (5% H_2SO_4 介质)。

5 仪器

5.1 电感耦合等离子质谱仪(ICP-MS)。

5.2 微波消解系统。

6 步骤

6.1 供试液制备

精密称取 0.2 g 样品(精确至 0.1 mg)于消解罐中,加入 5 mL 硝酸(见 4.2),置于微波消解系统(见 5.2)中消解。设置适宜的微波消解程序(见表 1),待消解完全后置于 150 $^{\circ}\text{C}$ 电热板上加热至近干,用水

将消解液转移、定容至 50 mL,摇匀备用。

6.2 空白试液制备

在供试液制备前,应进行空白试液的制备。取同体积硝酸(见 4.2)置于微波消解罐中,同法制备空白试液。

表 1 微波消解仪器工作参数

步骤	升温时间/min	控制温度/℃	保持时间/min
1	5	75	1
2	3	100	5
3	7	150	10
4	7	190	10

注:上述仪器工作参数仅针对美国 CEM 公司的 MARS5 微波消解系统,供使用单位设置微波消解程序时参考。

6.3 标准系列溶液的配制

吸取适量的钛标准储备液(见 4.3),用 1%硝酸(见 4.2)溶液配制钛浓度为 10 μg/L~200 μg/L 的标准系列溶液。

6.4 测定

6.4.1 仪器分析条件

由于实验室拥有的仪器设备多种多样,因此本部分无法给出仪器分析的通用条件。下列给出的参数证明是可行的。使用 NexION300 ICP-MS 测定钛的工作条件见表 2,测量条件见表 3。

表 2 仪器工作条件

元素	质量数	工作模式
钛	46.951 8	标准模式

表 3 测量条件

工作参数	条件	工作参数	条件
扫描/读数次数	20	读数/重复次数	1
射频功率	1 200 W	样品抽提速率	1 mL/min
等离子体氩气流量	15 L/min	扫描方式	跳峰扫描
雾化器氩气流量	1.0 L/min	峰通道数	1
每个峰停留时间	50 ms	重复次数	3
积分时间	1 s	分析模式	定量分析

注:上述仪器工作参数仅针对美国 PE 公司的 NexION300 ICP-MS,仅供使用单位参考。

6.4.2 仪器测定

在 6.4.1 条件下进行钛(Ti)的测定。以溶液浓度为横坐标,以强度为纵坐标绘制标准曲线。同样条件下,测定空白试液(见 6.2)、供试液(见 6.1)的强度,根据标准曲线回归方程,计算出供试液中钛(Ti)的浓度。

7 结果的计算

样品中的钛含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——样品中的钛(Ti)含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);

ρ ——供试液中钛(Ti)的测定质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

ρ_0 ——空白试液中钛(Ti)的测定质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——试样消化液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

8 精密度与准确度

本试验方法的精密度和准确度需通过有统计学意见的实验室数据积累后得出。首次检验应建立方法学考察,加标回收率应在 90%~110%之间。

参 考 文 献

- [1] GB/T 19701.1 外科植入物 超高分子量聚乙烯 第1部分:粉料
- [2] ASTM F648 Standard specification for ultra-high molecular weight polyethylene powder and fabricated form for surgical implants
-



YY/T 1507.1-2016

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-31488

定价: 16.00 元