

ICP-MS 测定卡铂中银元素含量

ICPMS-185

摘要：本文参考《European Pharmacopoeia》10.0，建立了使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定卡铂中银元素杂质含量的方法。实验结果表明，该方法银元素标准曲线线性良好 ($r=0.99999$)，加标回收率在 100.4%~104.6% 之间，测定结果准确，满足测试需求，适用于卡铂中银元素杂质含量的测定。

关键词：ICP-MS 卡铂 银

卡铂 ($C_6H_{12}N_2O_4Pt$)，即顺二氨络 (1, 1- 环丁烷二酸) 铂，是一种广谱抗肿瘤药，为第二代铂类化合物。中国药典已收录此药物，但并未对元素杂质进行规定，而欧洲药典中规定了顺铂药物中，银元素杂质不得高于 250 mg/kg，测定方法为火焰原子吸收光谱法。卡铂为顺铂的同类药物，也应遵循这一限值要求。ICP-MS 具有多元素同时分析、灵敏度高、分析速度快

等优势，目前在制药企业中，多数样品元素杂质测试采用电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 法。

本文参考《European Pharmacopoeia》10.0，用硝酸溶解样品，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了卡铂中银元素杂质含量。该方法测定快速、准确，灵敏度高，满足卡铂类化合物中银元素杂质含量测试要求。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

分别称取各卡铂样品 10 mg，置 15 mL 离心管中，加入 10 mL 1% HNO_3 后震荡至样品完全溶解，即为待测样品。

对 1# 样品进行限值浓度及 0.5 倍限值浓度加标验证。

以 1% HNO_3 为空白。

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

碰撞池参数：

池气体类型：He

池气体流量：6 mL/min

等离子体气流速：9.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5°C

高频频率：27.12 MHz

池电压：-21 V

能量过滤器：7 V

■ 结果与讨论

2.1 校准曲线溶液配制

使用 1% 硝酸配制系列银标准溶液，标准溶液浓度分别为 0、125、250、375 $\mu\text{g/L}$ 。配制 In 内标溶液，采用在线内标组件加入。以 ^{115}In 校正 ^{107}Ag 得到标准曲线见图 1。

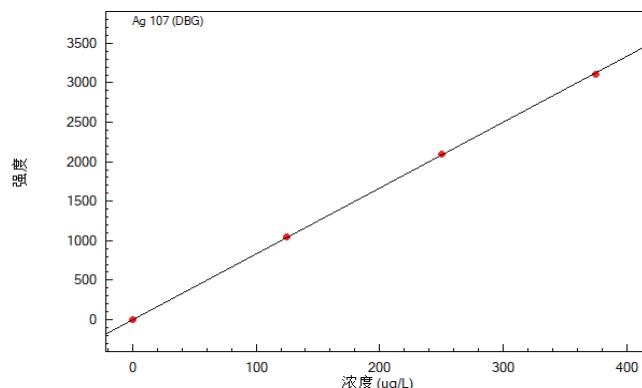


图 1 银元素的标准曲线 $r=0.99999$

2.2 检出限

按照实验方法对样品空白进行 11 次测定，计算银元素的仪器检出限为 0.5 ng/L ，按照称样量 10 mg ，定容体积 10 mL 计算，得到方法检出限 0.5 $\mu\text{g/kg}$ 及定量限 1.5 $\mu\text{g/kg}$ ，远小于欧洲药典规定的银元素限值 250 mg/kg 。

2.3 样品分析及加标回收率

样品及限值浓度加标测定结果见表 1、表 2，各元素加标回收率在 100.4~104.6 之间。

表 1 样品银元素杂质测定结果

样品	分析结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/kg)
1#	0.236	0.236
2#	39.5	39.5
3#	0.378	0.378

表 2 样品加标回收测定结果

样品	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标后连续六次测定结果 ($\mu\text{g/L}$)							RSD(n=6) (%)	加标回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6	平均值		
1#	125	124	125	125	133	125	123	126	2.86	100.4
1#	250	265	262	259	261	262	262	262	0.74	104.6

■ 结论

本文参考《European Pharmacopoeia》10.0，用硝酸溶解样品，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪直接测定了样品中银元素杂质含量。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好 ($r=0.99999$)，方法检出限均明显低于《European Pharmacopoeia》10.0 规定的元素限值，加标回收率在 100.4%~104.6% 之间，测定结果准确，满足测试需求，适用于卡铂中银元素杂质含量的测定。

岛津应用云

