

ICP-MS 测定葡甲胺中的铅和镍的含量

ICPMS-224

摘要： 参照中国药典 2025 版 < 葡甲胺药用辅料标准 > 草案公示稿，样品经微波消解处理，采用 ICP-MS 测定了葡甲胺样品中的铅和镍。实验结果表明：各元素的相关系数 $r > 0.99992$ ，铅和镍的检出限分别为 $5 \times 10^{-8} \%$ 和 $4 \times 10^{-7} \%$ ，加标回收率在 96.3%~102%。该方法分法灵敏度高，分析速度快，可以准确分析葡甲胺中的铅和镍的含量。由于葡甲胺化学性质易溶于水，用 2% 硝酸直接溶解后测定辅证了测定结果，两种前处理方法测定结果基本一致。

关键词： ICP-MS 葡甲胺 铅和镍

技术特点：

- ❖ 使用 Mini 炬管，低氦气消耗条件下获得准确、稳定的定量分析结果；
- ❖ 采用 2% 硝酸直接溶解后辅证测定了分析结果，与微波消解前处理方法测定结果基本一致。

葡甲胺为 1-脱氧 1-9 (甲氨基) -D- 山梨醇，其为白色结晶性粉末，易溶于水，广泛作为药物的 pH 调节剂和增溶剂。由于葡甲胺具有钠类似的渗透性和离子半径，且不会透过细胞膜，因此它正被越来越多地作为钠的替代物使用。葡甲胺是由葡萄糖与一甲胺缩合后再进行催化加氢而得，其生产过程中需要使用雷氏镍，可能导致镍铅等重金属的残留。

考虑到药物安全性，中国药典对葡甲胺中铅和镍有明确的限量的要求，中国药典 2020 版采用比色

法测定铅和镍，比色法测定效率低，且受人为因素干扰。中国药典 2025 版 < 葡甲胺药用辅料标准 > 草案公示稿采用 ICP-MS 测定铅和镍，ICP-MS 测定灵敏度高，多元素同时分析，分析速度快，大大提高了测定的准确性和效率。

本文使用岛津 ICP-MS 建立了葡甲胺中铅和镍的测定方法，该方法准确度高，分析速度快，适用于葡甲胺中铅和镍的监测。

■ 实验部分

1.1 仪器配置

表 1 ICP-MS 仪器配置

仪器	:	ICPMS-2050 LF
雾化器	:	同心雾化器
雾化室	:	旋流雾化室
炬管	:	Mini 炬管
采样锥	:	镍锥
截取锥	:	镍锥

1.2 分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 2。

表 2 ICP-MS 分析条件

高频功率	:	1.20 kW	雾化室温度	:	5°C
等离子体气流速	:	9.0 L/min	池气体	:	He
辅助气流速	:	1.10 L/min	气体流速	:	6 mL/min
载气流速	:	0.85 L/min	池电压	:	-21 V
采样深度	:	5.0 mm	能量过滤器电压	:	7.0 V

1.3 样品前处理

1.3.1 < 葡甲胺药用辅料标准 > 草案公示稿指定前处理方法

称取固体样品 0.5 g (精确至 0.0001 g) 于聚四氟消解内罐中, 加入 2 mL 硝酸和 3 mL 盐酸, 静置过夜, 置于微波消解仪内消解, 冷却后用超纯水将消解液转移至 50 mL 离心管中, 用超纯水定容至 50 g, 摇匀待测, 相同的方法制备空白溶液。

1.3.2 2% 硝酸直接溶解

由于葡甲胺化学性质易溶于水, 考虑到直接稀酸溶解方便快捷且不易带来污染, 故采用 2% 硝酸直接溶解后测定, 并做结果比对。称取固体样品 0.5 g (精确至 0.0001 g) 于 50 mL 离心管中, 用 2% 硝酸定容至 50 g, 摇匀待测, 相同的方法制备空白溶液。

■ 结果与讨论

2.1 溶液配制

标准溶液: 使用 2% HNO₃ 配制铅和镍的混合标准溶液系列, 各元素质量浓度见表 3, 标准曲线图见图 1 和图 2。

内标溶液: 用 1% 硝酸溶液配制混合内标溶液 500 μg/L, 使用内标组件在线加入。

表 3 标准溶液系列 (μg/L)

元素	内标	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Ni	Sc	0.00	10.0	20.0	30.0	40.0	50.0
Pb	Bi	0.00	10.0	20.0	30.0	40.0	50.0

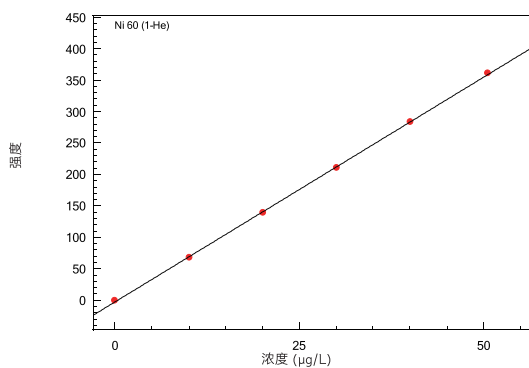


图 1 Ni 元素线性图 (r=0.99992)

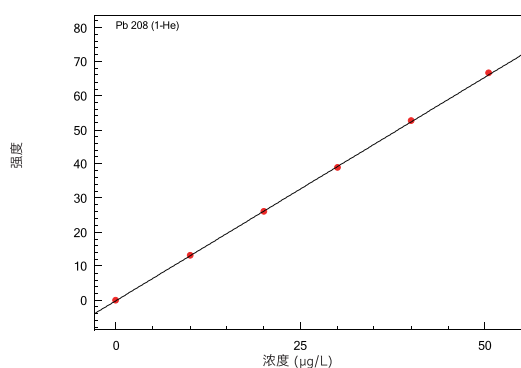


图 2 铅元素线性图 (r=0.99998)

2.3 检出限考察

使用样品空白溶液测定 6 次, 以样品空白浓度的 3 倍标准偏差 (SD) 计算仪器检出限。按照样品称样量 0.5 g, 定容体积 50 mL, 计算得到该方法的检出限, 结果见表 4。

表 4 检出限

分析元素	内标	仪器检出限 (μg/L)	方法检出限 (%)
Ni	Sc	0.04	4×10 ⁻⁷
Pb	Bi	0.005	5×10 ⁻⁸

2.4 样品分析结果

按照“1.3 样品前处理”将样品处理后，使用 ICPMS-2050LF 依次测定标准溶液和微波消解后的样品，并做加标回收试验，测定结果见表 5。加标回收率为在 96.3~102% 之间，回收率良好。

表 5 微波消解后样品测定结果

样品	元素	平行测定 (µg/L)			平均值 (µg/L)	RSD (%)	样品含量 (%)	加标量 (µg/L)	加标回收率 (%)
		平行 1	平行 2	平行 3					
葡甲胺 1 号	Ni	20.8	20.8	21.0	20.9	0.55	0.00021	10.0	96.3
	Pb	N.D.	N.D.	N.D.	---	---	---	1.00	97.3
葡甲胺 2 号	Ni	20.7	20.7	20.8	20.7	0.28	0.00021	10.0	102
	Pb	N.D.	N.D.	N.D.	---	---	---	1.00	97.5

依次测定用 2% 的硝酸直接溶解的样品，并做加标回收试验，测定结果见表 6。加标回收率为在 93.4~98.6% 之间，回收率良好。

表 6 用 2% 的硝酸直接溶解的样品测定结果

样品	元素	平行测定 (µg/L)			平均值 (µg/L)	RSD (%)	样品含量 (%)	加标量 (µg/L)	加标回收率 (%)
		平行 1	平行 2	平行 3					
葡甲胺 1 号	Ni	21.0	21.0	20.9	21.0	0.27	0.00021	10.0	94.4
	Pb	N.D.	N.D.	N.D.	---	---	---	1.00	98.6
葡甲胺 2 号	Ni	20.6	20.6	20.5	20.6	0.28	0.00020	10.0	93.4
	Pb	N.D.	N.D.	N.D.	---	---	---	1.00	97.6

注：N.D. 表示未检出

由于葡甲胺化学性质易溶于水，直接稀酸溶解方便快捷且不易带来污染，故用 2% 硝酸直接溶解后辅证测定结果，结果表明两种前处理方法结果基本一致。

■ 结论

本文采用 ICPMS-2050LF 电感耦合等离子体质谱仪，微波消解前处理样品测定了葡甲胺中镍和铅的含量，该方法准确度高，检出限低，稳定性好，并用 2% 硝酸直接溶解后辅证测定了分析结果，两种前处理方法测定结果基本一致。

岛津应用云

