

岛津 TOC-L 测定多聚糖超顺磁氧化铁注射液中有有效成分含量

TOC-023

摘要： 本文使用岛津 TOC-L 总有机碳分析仪，直接测定了多聚糖超顺磁氧化铁注射液中总有机碳（TOC）的含量，从而间接测定其中有效成分多聚葡萄糖山梨醇羧甲基醚（PSC）的含量。实验结果表明，该方法操作简便，分析速度快，重现性好，测定不受样品中其它成分的影响，适合多聚糖超顺磁氧化铁注射液样品中总有机碳含量的测定，为快速、准确的测定 PSC 含量提供了有效方法，这对开展注射剂一致性评价工作具有重要指导意义。

关键词： TOC-L 总有机碳分析仪 多聚糖超顺磁氧化铁注射液 总有机碳

多聚糖超顺磁氧化铁注射液为多聚葡萄糖山梨醇羧甲基醚（PSC）包覆超顺磁性三氧化二铁的灭菌胶体溶液。该注射液是核磁共振显像（MRI）加权造影剂，用于伴有网状内皮系统改变的肝脏病变的检查和定性评价。其作用机制是在体内主要被网状内皮系统摄取，缩短周围氢质子的弛豫时间，降低正常组织的信号强度，使质子的毛加权图像信号明显下降。网状内皮系统功能减弱的组织（转移瘤、原发性肝癌、囊肿和各种良性肿瘤、腺瘤和增生等）保留了自身的信号强度，因而加大了与正常组织的信号对比。

目前，未曾开展多聚糖超顺磁氧化铁注射液中总有机碳（TOC）的测定方法，为探讨采用 TOC 法测定多聚糖超顺磁氧化铁注射液中 TOC 含量来间接测定有效成分 PSC 含量的可行性。本文采用岛津 TOC-L CPH 型总有机碳分析仪直接测定多聚糖超顺磁氧化铁注射液中 TOC 含量，该方法操作简便，分析速度快，重现性好，测定不受样品中其它成分的影响，为测定 PSC 提供了方法参考，也对开展注射剂一致性评价工作具有重要指导意义。

■ 实验部分

1.1 仪器与试剂

Shimadzu TOC-LCPH 型 总有机碳分析仪
邻苯二甲酸氢钾（基准试剂级）

催化剂：普通灵敏度 铂催化剂
盐酸（优级纯）

1.2 分析条件

载气：高纯氧气
TOC 主机载气流速：150 mL/min
TOC 主机载气压力：200kPa

燃烧炉温度：680°C
检测器：非色散型红外检测器（NDIR）

■ 样品处理

准确称取 200 mg 样品 6 份于 100 mL 容量瓶中，用 2% 的盐酸稀释至刻度，摇匀待测。

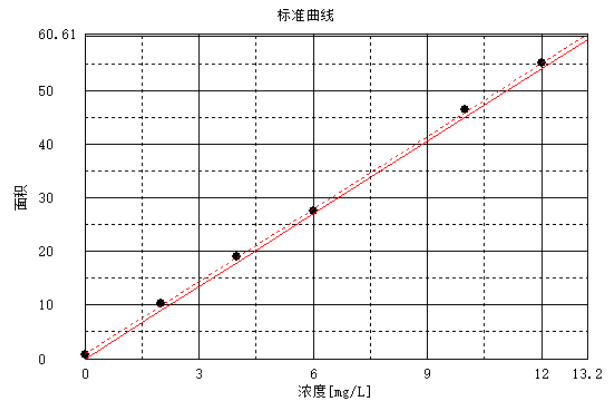
■ 结果讨论

3.1 标准曲线

配制 120 mg/L 总有机碳溶液，移取 1 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中并用去离子水稀释至刻度摇匀。利用自动稀释功能绘制 TC 标准曲线：

表 1 TC 标准曲线

序列号	TC 浓度 (mg/L)	响应面积
1	0.000	0.7651
2	2.000	10.37
3	4.000	19.07
4	6.000	27.60
5	10.00	46.34
6	12.00	55.10

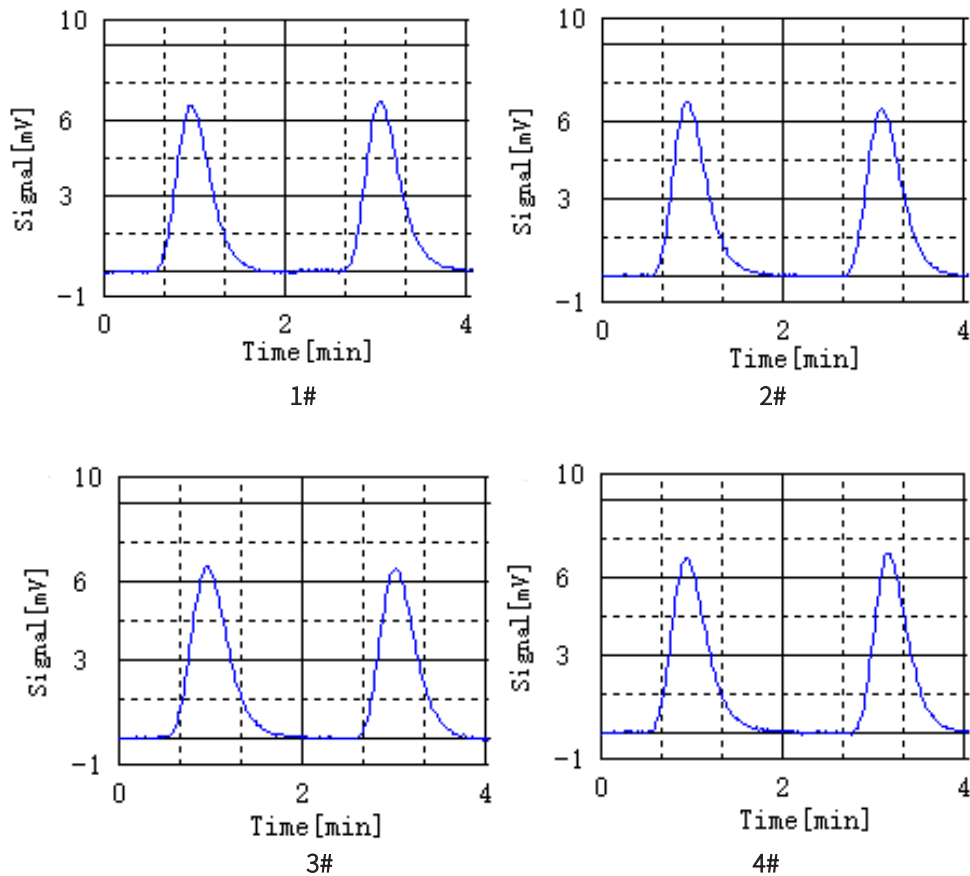


如上图所示, TC 标准曲线 $r=0.9998$, 斜率 $k = 4.517$ 。

图 1 TC 标准曲线

3.2 样品测定结果

每个样品平行称取 6 份, 用 2% 的盐酸稀释至刻度, 摇匀后直接进样测量 TC 含量, 峰形轮廓图及数据如下:



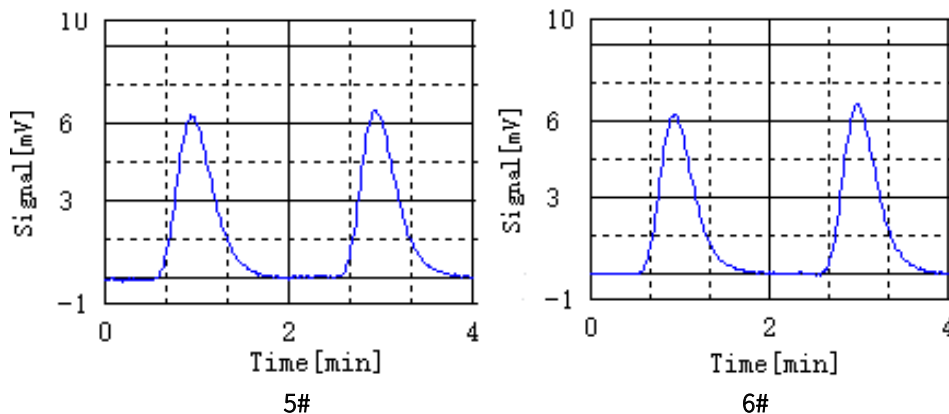


图 2 样品峰形轮廓图

表 2 多聚糖超顺磁氧化铁注射液测定结果

样品名称	称样量 (mg)	定容体积 (mL)	峰面积	测得碳含量 (mg/L)	实际 TOC 含量 (mg/g)	TOC 平均值 (mg/g)	精密度 (RSD%)
多聚糖超 顺磁氧化 铁注射液	200	100	18.05	3.995	1.998	2.00	0.90
			18.11	4.008	2.004		
			17.96	3.976	1.988		
			18.27	4.046	2.023		
			17.95	3.975	1.988		
			17.80	3.941	1.970		

注 1: 样品在前处理过程中加酸去除了无机碳 (IC), 则 TC=TOC.

注 2: 由于 PSC 涉及客户保密信息, 因此结果中没有给出 PSC 换算结果。

实验测定结果表明, 此方法的重现性好, 6 次测量结果的相对标准偏差小于 1%, TOC 的含量符合客户预期的结果, 因此该方法可以非常好的满足多聚糖超顺磁氧化铁注射液中总有机碳的分析, 从而实现有效成分 PSC 含量进行测定。

结论

使用岛津 TOC-L 总有机碳分析仪, 直接测定了多聚糖超顺磁氧化铁注射液中总有机碳 (TOC) 的含量, 从而间接测定其中有效成分多聚葡萄糖山梨醇羧甲基醚 (PSC) 的含量。实验结果表明, 该方法操作简便, 分析速度快, 稳定性好, 适合多聚糖超顺磁氧化铁注射液样品中总有机碳含量的测定, 为快速、准确测定 PSC 提供了有效方法, 这对开展注射剂一致性评价工作具有重要指导意义。