

解决方案|注射液中 Na、K、Ca、Mg 检测

原子吸收分光光度法 (AAS) 测定微量金属元素具有快速、灵敏、准确等优点, 成为测定药物中金属杂质比较理想的方法, 已成为国外一些药厂和医院控制药物质量的常规手段。

Na、K、Ca、Mg 是水源、药用材料、容器中存在比较多的杂质并且广泛存在于各种药物中, 测定这几种元素对于了解注射液中金属离子浓度以及考查工艺质量及药理作用有一定的价值。本文利用 GBC 系列原子吸收建立测定注射液中 Ca、Mg、K、Na 金属含量的方法, 供注射液生产工艺水平等相关质控人员参考。

实验部分

实验设备及试剂：

GBC 系列原子吸收分光光度计 (配有 K、Na、Ca、Mg 空心阴极灯,)

硝酸 (HNO_3): 优级纯

锂溶液：称取 1.04g 硝酸锂用水溶液并稀释至 1000mL

镧溶液：称取 58.6g 氧化镧，用少量水润湿后，加盐酸 100mL 使溶解，再用水稀释至 1000mL。

钙单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

镁单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

钾单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

钠单元素标准溶液 (国家标准物质研究中心)

仪器条件

参数设置	波长 (nm)	狭缝宽度 (nm)	燃烧头高度 (mm)	燃气流量 (L/min)	灯电流 (mA)	火焰类型
K	766.5	0.5	10	1.3	3	空气—乙炔火焰
Na	589.0	0.5	10	1.3	3	空气—乙炔火焰
Ca	422.7	0.5	10	2.0	3	空气—乙炔火焰
Mg	285.2	0.5	10	1.5	2	空气—乙炔火焰

样品溶液制备：

Na:精密量取供试品 4mL，置 50mL 容量瓶中，加入锂溶液 5.0mL，50%硝酸溶液 1.0mL，用水稀释至刻度。

K：精密量供试品 1mL，至 100mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，精密量取溶液 5mL，置 50mL 容量瓶中，加入锂溶液 5.0mL，50%硝酸溶液 1.0mL，用水稀释至刻度。

Mg：精密量取供试品 3mL,置 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，精密量取 10mL，置 100mL 容量瓶中，加入 5.0mL 镧溶液，用水稀释至刻度摇匀，备用。

Ca：精密量取供试品 5mL，置 100mL 容量瓶中，加入稀盐酸 5.0mL、镧溶液 5.0mL，用水稀释至刻度，摇匀，备用。

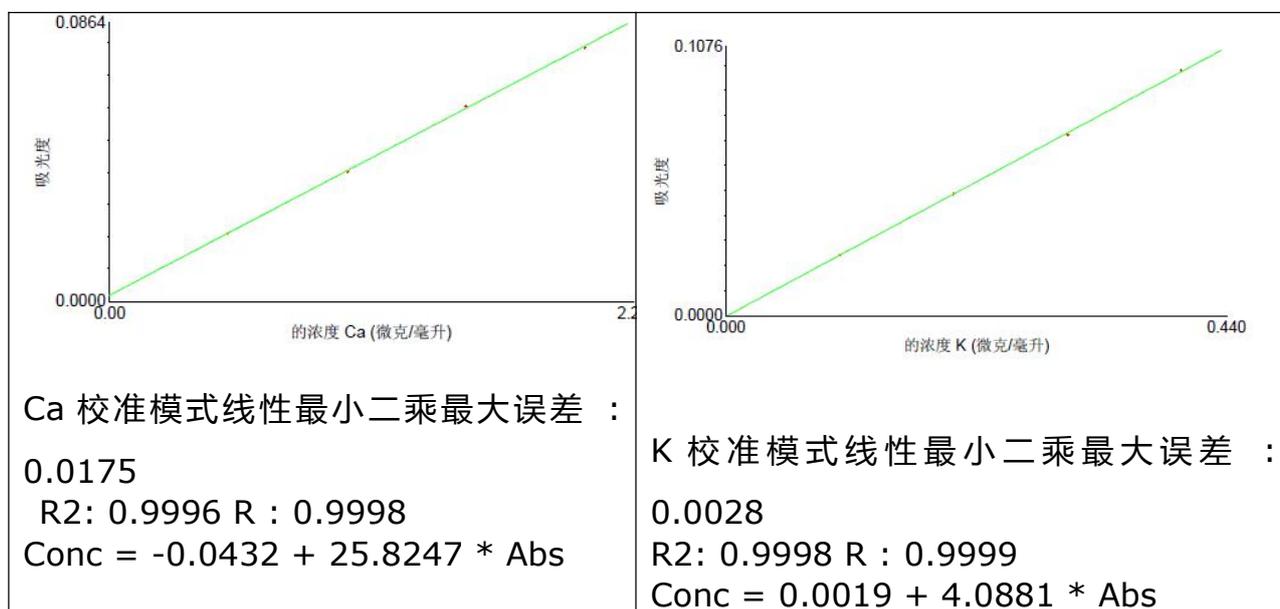
实验结果

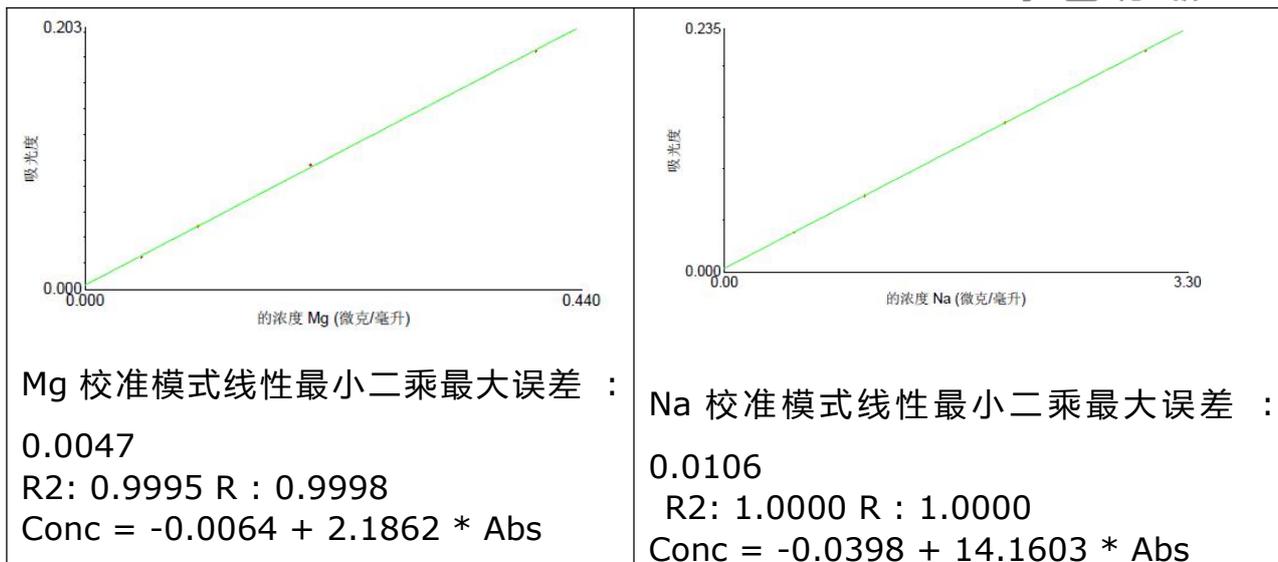
标准溶液的配制

元素	浓度 (mg/L)				
K	0	0.10	0.20	0.30	0.40
Na	0	0.50	1.00	2.00	3.00
Ca	0	0.50	1.00	1.50	2.00
Mg	0	0.05	0.10	0.20	0.40

注意：(标液加入镧溶液和锂溶液的量要求一致)

标准曲线





总结

本文建立了用 GBC 系列原子吸收测定注射液中 Na、K、Ca、Mg 元素的方法，结果表明该方法实验操作简便、线性好，测试结果准确。在实验中需要注意的是样品的干扰消除问题，对于 K、Na 金属元素，其易受电离影响，使其基态原子减少，在测试中需要加入如 Li 等易电离的元素从而增加 K、Na 吸光度值；而对于 Ca、Mg 元素，其易受化学干扰影响，需要加入镧元素作为改进剂消除干扰；同时在实验中注意容器问题，玻璃容器含有 Na、K 等元素，因此样品最好不要使用玻璃器皿。