

解决方案 | 离子色谱法测定药物中铵根离子 (NH₄⁺)

关于铵根离子的测定,资料显示仪器分析方法较少,一般只有分光光度法和离子色谱法两种。近年来,随着分析手段的迅速发展,离子色谱法因其能同时测定多种离子成分,且具有灵敏准确、操作简单、分析速度快、专属性强等特点,愈来愈多的实验室使用离子色谱仪,大大提高了实验效率。本文建立了离子色谱法测定铵根离子的方法,其线性、回收率等指标显示准确度高,可供相关实验室或部门参考。

实验部分

实验原理

离子色谱测定阳离子是利用离子交换原理进行分离。由抑制器抑制淋洗液,扣除背景电导,然后利用电导检测器进行测定。根据混合标准溶液中各阳离子出峰的保留时间以及峰面积(或峰高)可定性和定量样品中的各种阳离子(包括 NH₄⁺)

仪器

IC-2800 离子色谱仪。

仪器条件

阳离子交换柱: Dionex Ionpac™ CS12A;

抑制器电流: 40mA;

流速: 1ml/min;

淋洗液: 取 0.8ml 甲烷磺酸, 用去离子水定容至 1000ml;

进样量: 100μL。

样品处理

称取 0.0401g 样品, 加一半乙腈, 使溶解, 用去离子水定容至 10ml 容量瓶。

实验结果

对照品配置

铵根离子中间液 (10 $\mu\text{g}/\text{ml}$) : 精确取 0.1ml 浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 铵根离子 , 用去离子水定容至 10ml 容量瓶中。

铵根离子标准系列 : 分别取 0.125ml、0.25ml、0.5ml、1.25ml 以上中间液 , 用去离子水定容至 25ml 容量瓶中 , 即得一系列标准曲线。

离子标样谱图

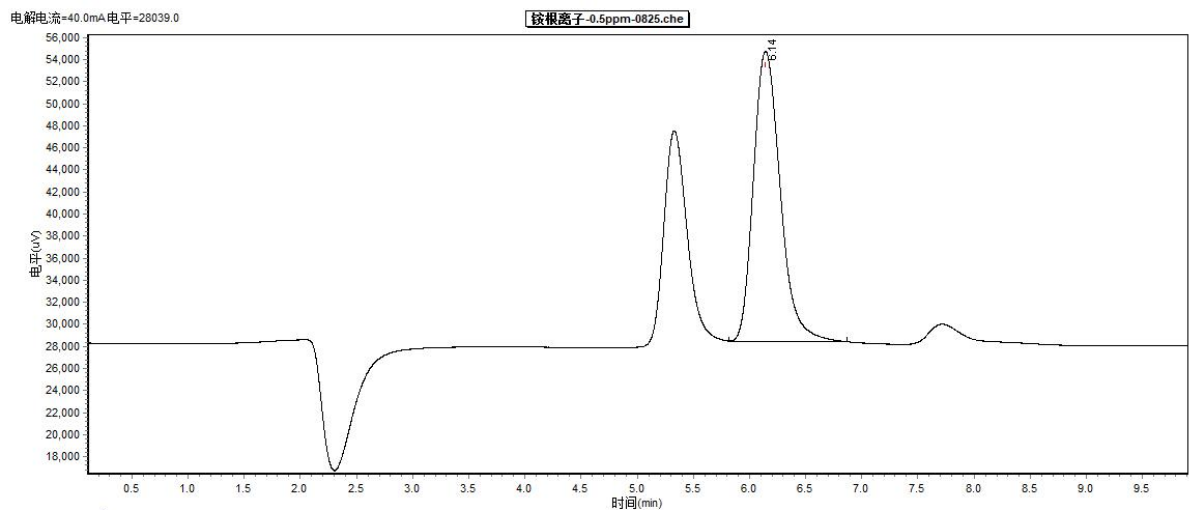
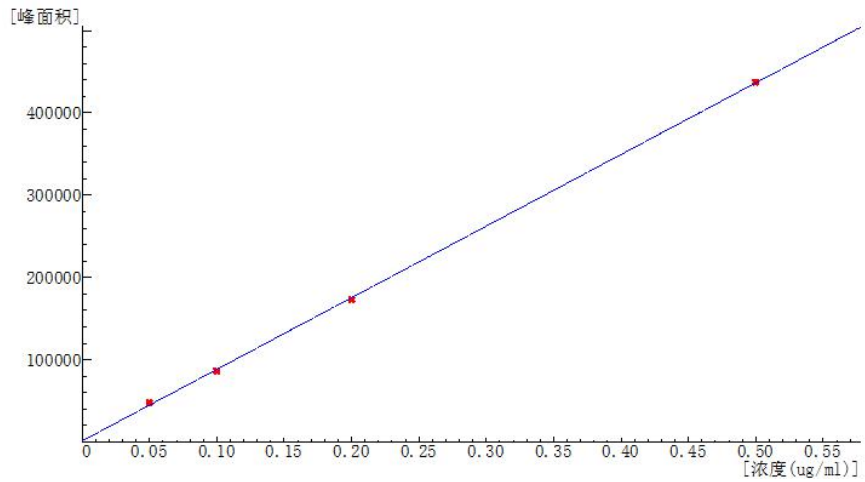


图 1 铵根离子 (0.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$)

校准曲线

----铵根离子校准曲线-----



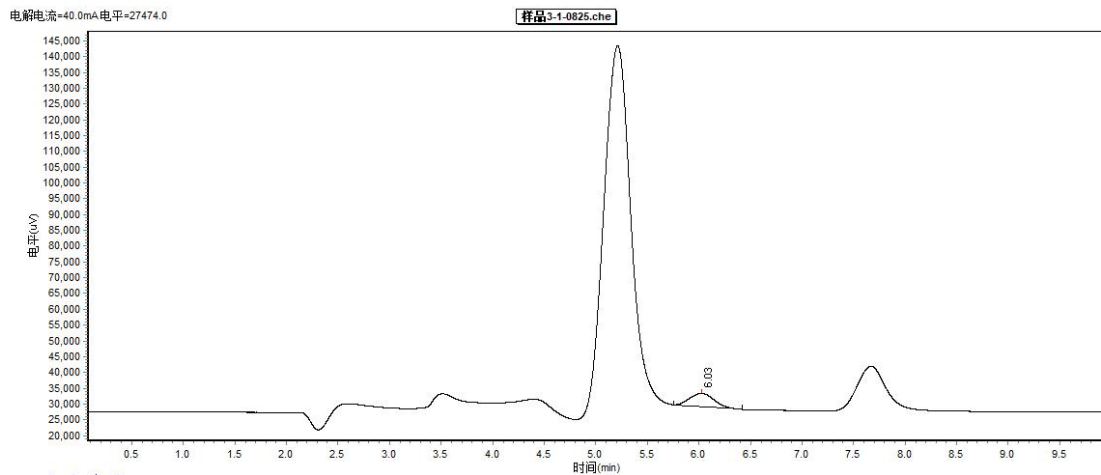
曲线点	含量 (ug/ml)	面积
1	0.05	47739
2	0.1	86631
3	0.2	173335
4	0.5	437426

曲线方程 : $Y=870479.69X + 1305.82$

相关系数 : 0.99991

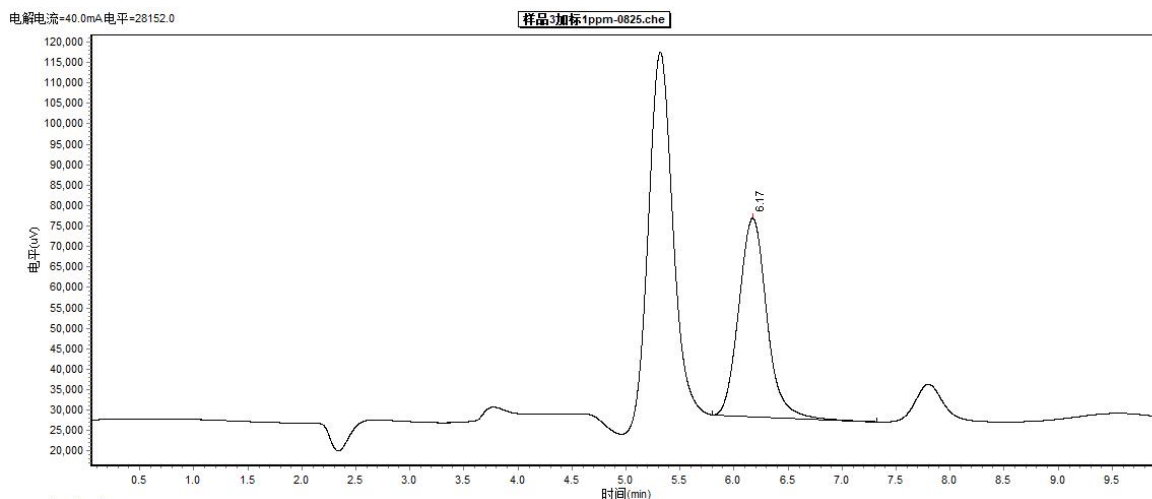
曲线点数 : 4

样品谱图



样品谱图

名称	保留时间	峰面积	峰高	含量
铵根离子	6.03	69086	4205	0.0779



样品加标 1ppm 谱图

名称	保留时间	峰面积	峰高	含量
铵根离子	6.17	869252	48449	0.9969

总分析结果

	铵根离子 (mg/kg)	加标回收率 (%)
样品	19.43	91.90

结果与讨论

本次实验总结了测定铵根离子的分析条件,同时对线性及样品的加标回收实验进行考察,结果表明,该方法分析样品快速、测试结果可信度高。色谱柱方面,常规阳离子柱如 DIONEX IonPac CS 12A、CS16A、CS17A 等都可以较好的检测铵根离子,根据实验室现有条件,选用 Dionex IonPac™ CS12A;淋洗液方面,阳离子测定用淋洗液主要有硫酸、甲烷磺酸、硝酸、盐酸等。其中甲烷磺酸最为常用,且具有商品化的高纯度试剂,顾本实验选择甲烷磺酸作为淋洗液。淋洗液浓度的大小为各离子峰有效分离的关键所在,通过多个浓度的甲烷磺酸淋洗液试验,最终选择本报告中浓度为较好的淋洗液浓度。以上方法及讨论仅小编个人观点,仅供参考。