

ICP-OES 法测定甘油磷酸钠注射液中的钠和磷的含量*

张璐

(无锡市药品安全检验检测中心, 无锡 214028)

摘要 目的:采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-OES)法同时测定甘油磷酸钠注射液中钠和磷的含量。方法:等离子体气:12 L·min⁻¹;辅助气:0.3 L·min⁻¹;雾化气:0.6 L·min⁻¹;射频功率:1 300 W;泵流速:1.5 mL·min⁻¹;分析波长:钠为 589.592 nm,磷为 213.617 nm。结果:钠的线性范围为 1~9 μg·mL⁻¹($r=0.999\ 6$),平均回收率为 97.8%,磷的线性范围约为 1~5 μg·mL⁻¹($r=0.999\ 9$),平均回收率为 100.0%。2 批样品测得的钠和磷含量结果与原标准方法基本一致。结论:建立的 ICP-OES 法同时测定甘油磷酸钠注射液中钠和磷的含量方法可用于快速大批量测定样品,为更合理地控制甘油磷酸钠注射液的质量提供参考。

关键词:甘油磷酸钠注射液;钠;磷;含量测定;电感耦合等离子体原子发射光谱

中图分类号:R 921.2 文献标识码:A 文章编号:1009-3656(2023)02-0000-00

doi:10.19778/j.chp.2023.02.00?

The content of sodium and phosphorus in sodium glycerophosphate injection was determined by ICP-OES*

ZHANG Lu

(Wuxi Drug Safety Inspection and Testing Center, Wuxi 214028, China)

Abstract Objective: To establish a Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-OES-RRB) method for the simultaneous determination of sodium and phosphorus in sodium glycerophosphate injection. **Methods:** Plasma gas: 12 L·min⁻¹, auxiliary gas: 0.3 L·min⁻¹, atomization gas: 0.6 L·min⁻¹, Radio frequency power: 1 300 W, pump flow rate: 1.5 mL·min⁻¹, analysis wavelength: sodium 589.592 nm, phosphorus 213.617 nm. **Results:** The linear range of sodium was 1-9 μg·mL⁻¹($r=0.999\ 6$), and the average recovery was 97.8%. The linear range of phosphorus was 1-5 μg·mL⁻¹($r=0.999\ 9$), and the average recovery was 100.0%. The results of sodium and phosphorus content in 2 batches of samples were basically consistent with the original standard method. **Conclusion:** The ICP-OES method for simultaneous determination of sodium and phosphorus in sodium glycerophosphate injection can be used for rapid determination of sodium glycerophosphate injection in large quantities. It provides reference for more reasonable control of the quality of glycerophosphate sodium injection. **Key words:** sodium glycerophosphate injection; sodium; phosphorus; content determination; Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

甘油磷酸钠注射液(商品名:格利福斯),为 α-甘油磷酸钠与 β-甘油磷酸钠混合物的灭菌水溶液,是肠外营养的磷补充剂。磷主要参与构成骨组织,同时也参与构成细胞中的核苷酸,以磷脂形式参与

* 基金项目:江苏省市场监管局科技计划项目(KJ2022029)

第一作者简介:张璐,主管药师,研究方向:药品检验与质量标准。Tel: 0510-66112767;E-mail: 774674199@qq.com

细胞膜的形成,是组成生命的重要元素。此外,磷与众多代谢中的酶活性密切相关,并参与形成缓冲体系,调节体内酸碱平衡,在生命健康中起着举足轻重的作用^[1]。当体内磷缺乏时,可导致低磷血症,影响全身各组织器官,并引发一系列的全身性反应,临床表现有多脏器功能不全、恶心呕吐、免疫力降低、肌力减退、意识障碍、感官异常、呼吸困难、心力衰竭等^[2-5]。甘油磷酸钠注射液作为临床常用的肠外营养磷补充剂,能有效地维持血磷水平,纠正和预防低磷血症。

《中华人民共和国药典》(简称《中国药典》)2020年版二部甘油磷酸钠注射液各论项下^[6],分别采用原子吸收分光光度法(AAS)测定钠含量,紫外-可见分光光度法(UV-Vis)测定磷含量,对样品分别进行两次前处理,操作繁琐耗时。电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-OES)具有分析速度快、选择性好、灵敏度高等优点,并能同时进行多元素的定性和定量分析,已被广泛用于食品、药品、材料等检验检测领域^[7-10]。本文建立了ICP-OES法同时测定甘油磷酸钠注射液中的钠和磷的含量,用于甘油磷酸钠注射液中钠和磷含量的控制和评价。

1 仪器与试剂

Avio 200 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国珀金埃尔默);AA280 原子吸收光谱仪(美国安捷伦);UV-2600 紫外可见分光光度计(日本岛津);Milli-Q 超纯水处理仪(美国密理博);硝酸(德国默克,优级纯);钠元素标准溶液(中国计量科学研究院,批号:20123,含量:1 000 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$);磷元素标准溶液(德国默克,批号:HC90425383,含量:9 965 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$);甘油磷酸钠注射液(均为同一厂家,批号分别为80PG534、80QG525)。

2 方法与结果

2.1 测定条件

等离子体气:12 L \cdot min⁻¹;辅助气:0.3 L \cdot min⁻¹;雾化气:0.6 L \cdot min⁻¹;射频功率:1 300 W;泵流速:1.5 mL \cdot min⁻¹;分析波长:钠为589.592 nm,磷为213.617 nm。

2.2 溶液的配制

2.2.1 对照品溶液 精密量取钠元素标准溶液10 mL,置100 mL量瓶中,加5%硝酸溶液稀释至刻度,制成含钠100 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的钠对照品溶液;精密量取磷元素标准溶液1 mL,置100 mL量瓶中,加

5%硝酸溶液稀释至刻度,制成含磷约100 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的磷对照品溶液。

2.2.2 供试品溶液 精密量取样品1 mL,置100 mL量瓶中,加5%硝酸溶液稀释至刻度,制成供试品储备液;精密量取供试品储备液1 mL,置100 mL量瓶中,加5%硝酸溶液稀释至刻度,即得。

2.2.3 空白溶液 取5%硝酸溶液作为空白溶液。

2.3 专属性试验

钠和磷均为常见的化学元素,在超纯水及硝酸中可能会存在一定量的钠和磷,进而对试验结果产生影响。通过反复测定发现,超纯水及硝酸中的钠和磷含量较低,可通过扣除空白的方法消除干扰。

2.4 线性关系考察

分别精密量取钠对照品溶液1、3、5、7、9 mL和磷对照品溶液1、2、3、4、5 mL,置5个100 mL量瓶中,加5%硝酸溶液稀释至刻度,制成每mL含钠1、3、5、7、9 μg 和含磷约1、2、3、4、5 μg 的混合溶液。按“2.1”项下条件进行测定,以浓度*C*为横坐标,发射光强度*I*为纵坐标,绘制钠和磷的标准曲线分别为:

$$I = 2\ 836\ 611C + 4\ 741 \quad r = 0.999\ 6$$

$$I = 31\ 005C + 391 \quad r = 0.999\ 9$$

结果表明,钠在1~9 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内,磷约在1~5 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 范围内,浓度与发射光强度呈良好的线性关系。

2.5 精密度试验

取每mL含钠5 μg 和磷约3 μg 的混合溶液,按“2.1”项下条件重复测定6次,记录钠和磷的发射光强度,其RSD分别为1.1%和1.2%。

2.6 重复性试验

取样品(批号为80QG525)6份,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,按“2.1”项下条件进行测定,计算得钠和磷的平均含量分别为100.7%、101.8%,RSD分别为0.8%、1.0%。

2.7 回收率试验

取“2.6”项下已测含量的样品,分别加入样品含量80%、100%、120%的混合对照品溶液,按“2.2.2”项下方法制备供试品溶液,按“2.1”项下条件进行测定,计算回收率,结果见表1。

2.8 样品测定

分别按照《中国药典》2020年版二部各论项下方法和ICP-OES法测定2批样品中的钠和磷,结果见表2。

表1 钠和磷的回收率试验结果

Tab. 1 Results of recovery of sodium and phosphorus

组分 (components)	样品含量 (content)/mg	加入量 (added)/mg	测得量 (measured)/mg	回收率 (recovery)/%	平均回收率 (average recovery)/%	RSD/ %
Na	23.1	18.0	41.0	99.4	97.8	1.6
		18.0	40.6	97.2		
		18.0	40.4	96.1		
		23.0	45.3	96.5		
		23.0	45.2	96.1		
		23.0	45.7	98.3		
		28.0	51.2	100.4		
		28.0	50.7	98.6		
		28.0	50.5	97.9		
P	15.7	12.0	27.9	101.7	100.0	1.6
		12.0	27.6	99.2		
		12.0	28.0	102.5		
		15.9	31.4	98.7		
		15.9	31.5	99.4		
		15.9	31.3	98.1		
		18.9	34.8	101.1		
		18.9	34.4	98.9		
		18.9	34.7	100.5		

表2 不同方法测定钠和磷结果

Tab. 2 Sodium and phosphorus were determined by different methods

批号 (lot No.)	Na/%		P/%	
	AAS	ICP-OES	UV-Vis	ICP-OES
80PG534	97.9	98.3	99.0	99.8
80QG525	99.5	100.6	102.3	101.6

3 讨论

3.1 波长的选择

波长会影响测定数据的稳定性和准确度,仪器中可供选择的钠的分析波长有 589.592、588.995、330.237 nm 等,磷的分析波长有 213.617、214.914、178.221 nm 等,通过对比各波长下的背景、强度及干扰情况等并参考文献^[11-13],最终选择钠 589.592 nm、磷 213.617 nm 作为测定时的波长。

3.2 结果讨论

《中国药典》2020 年版二部甘油磷酸钠注射液各论项下,需采用不同方法分别测定钠和磷的含量,尤其是磷的测定,操作步骤繁琐,且易造成误差。采用 ICP-OES 法同时测定钠和磷的含量,该方法线性关系、精密性、重复性及回收率均良好,测得的钠和磷含量结果与药典方法基本一致。

本文建立的 ICP-OES 法同时测定甘油磷酸钠注射液中钠和磷的含量方法可用于快速大批量测定样品,为更合理地控制甘油磷酸钠注射液的质量提供参考。

参考文献

- [1] 邓家翔,李倩. 低磷血症与临床相关疾病的研究进展[J]. 锦州医科大学学报,2017,38(4):104
DENG JX, LI Q. Research progress of hypophosphatemia and clinically related disease[J]. J Jinzhou Med Univ, 2017, 38(4):104
- [2] 张碧玉,陈楠. 低磷血症与肾脏病的关联和诊治进展[J]. 中华肾脏病杂志,2020,36(9):716
ZHANG BY, CHEN N. Correlation between hypophosphatemia and renal diseases and the progress in diagnosis and treatment[J]. Chin J Nephrol, 2020, 36(9):716
- [3] 鲍强,周明根,廖文华,等. 低磷血症对机械通气患者脱机的影响[J]. 中华危重病急救医学, 2021, 33(7):821
BAO Q, ZHOU MG, LIAO WH, et al. Impact of hypophosphatemia on weaning from mechanical ventilation[J]. Chin Crit Care Med, 2021, 33(7):821
- [4] 张曼丽. 重症感染患者血磷水平与免疫指标对预后影响[J]. 医学信息,2018,31(20):88
ZHANG ML. Effect of blood phosphorus level and immune index on prognosis in patients with severe infection[J]. J Med Inf, 2018, 31(20):88

- [5] 张庆,蔡阳平,刘红栓,等. 早期低磷血症对重症患者预后的影响[J]. 中国继续医学教育,2018,10(35):80
ZHANG Q, CAI YP, LIU HS, *et al.* The effect of early hypophosphatemia on the prognosis of critically ill patients [J]. Chin Cont Med Edu, 2018, 10(35):80
- [6] 中华人民共和国药典 2020 年版. 二部[S]. 2020:136
ChP 2020. Vol II [S]. 2020:136
- [7] 石雅静. 电感耦合等离子体发射光谱法在各个领域的应用综述[J]. 当代化工研究,2018,(5):82
SHI YJ. Review on application of inductively coupled plasma emission spectrometry in various fields [J]. Mod Chem Res, 2018, (5):82
- [8] 陈阳,金薇,杨永健. 电感耦合等离子体发射光谱法在国内药物分析中的应用现状[J]. 药物分析杂志,2013,33(6):907
CHEN Y, JIN W, YANG YJ. Current situation of the application of ICP-AES for the pharmaceutical analysis in China[J]. Chin J Pharm Anal, 2013, 33(6):907
- [9] 王董云,赵慧,段希英,等. 微波消解电感耦合-等离子体发射光谱法同时测定复方氢氧化铝片中铝和镁含量[J]. 中国药业,2021,30(21):76
WANG DY, ZHAO H, DUAN XY, *et al.* Simultaneous determination of aluminum and magnesium in compound aluminum hydroxide tablets by microwave digestion-ICP-OES [J]. China Pharm, 2021, 30(21):76
- [10] 李珏,王佩强. ICP-OES 法同时测定葡萄糖酸钙锌口服溶液中钙离子和锌离子的含量[J]. 中国药品标准,2021,22(4):356
LI J, WANG PQ. Simultaneous determination of calcium and zinc ions in calcium and zinc gluconate oral solution by ICP-OES [J]. Drug Stand China, 2021, 22(4):356
- [11] 乔晴,李辰,宋菲菲,等. 超级微波消解-ICP-OES 法测定婴幼儿配方食品中 8 种营养元素[J]. 中国乳品工业,2021,49(12):51
QIAO Q, LI C, SONG FF, *et al.* Determination of 8 minerals in Infant and children formula by ultrawave digestion-ICP-OES[J]. China Dairy Ind, 2021, 49(12):51
- [12] 钱忠义,吴珺,钱保勇,等. ICP-OES 法测定骨肽注射液中钙和磷的含量[J]. 药物分析杂志,2020,40(4):713
QIAN ZY, WU J, QIAN BY, *et al.* Determination of calcium and phosphorus in ossotide injection by ICP-OES [J]. Chin J Pharm Anal, 2020, 40(4):713
- [13] 何健,李莉,唐晓琴,等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定油条中铝、磷元素的研究[J]. 中国卫生检验杂志,2021,31(18):2202
HE J, LI L, TANG XQ, *et al.* Determination of phosphorus and aluminium in deep-fried dough sticks by inductively coupled plasma optical emission spectrometer [J]. Chin J Health Lab Technol, 2021, 31(18):2202

(收稿日期:2022-06-24)