



Novinky a změny fyzikálně-chemických metod



RNDr. Hana Jůzová
**SÚKL, oddělení lékopisu a
standardizace léčiv**

NOVÉ v ČL 2009

- ☉ 2.2.57 Atomová emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (6.0)
- ☉ 2.2.58 Hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (6.0)
- ☉ 2.2.60 Teplota tání – instrumentální metoda (6.1)

Použití

2.2.57 Atomová emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)

Stanovení boru v **Dextranomeru**.

2.2.58 Hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS)

Dosud není v EL použita.

2.2.57 a 2.2.58

- ☉ Princip metody a popis částí přístroje
- ☉ Interference
- ☉ Postup
- ☉ Kontrola funkčnosti přístroje
- ☉ Validace metody

Princip metody

Co je indukčně vázané plazma?

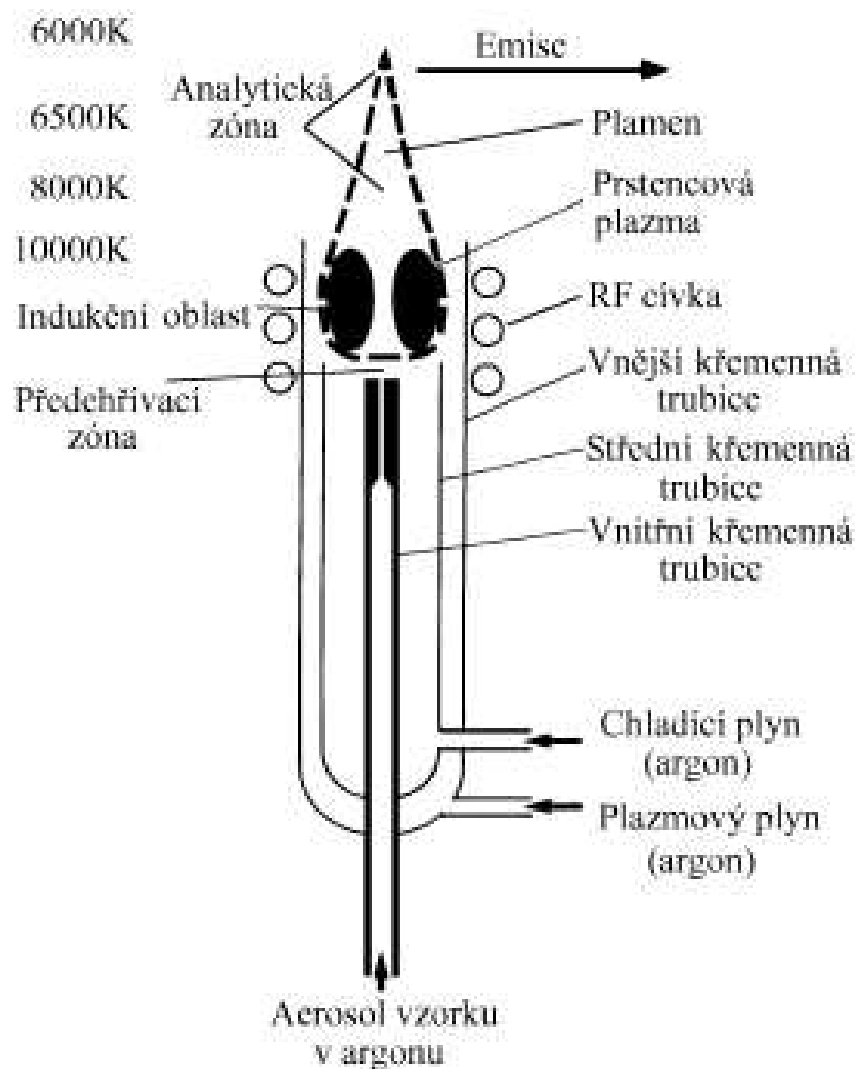
Je to vysoce ionizovaný inertní plyn (Ar) se stejným počtem elektronů a iontů udržovaných radiofrekvenčním polem v uzavřené prstencové dráze uvnitř hlavice a indukční cívky.

Princip metody

- vzorek se zavádí indukční oblastí do středu plazmatu
- elektrony se:
 - zachycují
 - urychlují magnetickým polem
 - srážejí s jinými atomy plazmového plynu

Princip metody

- ☉ Atomy vzorku jsou postupně:
 - ☉ desolvatovány
 - ☉ odpařovány
 - ☉ excitovány (detekce AES; **μg/g**) nebo
 - ☉ ionizovány (detekce MS; **ng/g**)



Co je interference?

Je to cokoliv, co způsobí, že signál stanovované látky (analytu) ve vzorku se liší od signálu stanovované látky v kalibračním roztoku o stejné koncentraci.

Druhy interferencí u ICP-AES

-  **Chemická** (vysoká koncentrace prvků nebo složek matrice)
-  **Spektrální** (posuny intenzity pozadí a překryvy pásů)
-  **Fyzikální** (rozdíly ve viskozitě a v povrchovém napětí vzorku a kalibračních standardů)

Druhy interferencí u ICP-MS

- **Hmotnostní** (signál částic o stejné hmotnosti může překrýt signál sledovaných iontů)
- **Matricová** (vede k potlačení signálu stanovovaných iontů)
- **Fyzikální**

Potlačení fyzikální interference

- metoda vnitřního standardu
- metoda standardního přídatku

Validace metod

☉ linearita:

- ☉ nejméně 4 porovnávací roztoky v kalibračním rozmezí
- ☉ 5 opakovaných měření
- ☉ korelační koeficient je nejméně 0,99

☉ přesnost:

- ☉ použijí se certifikované referenční materiály nebo
- ☉ se provede zkouška výtěžnosti

☉ opakovatelnost:

- ☉ pro stanovení obsahu je nejvýše 3 %
- ☉ pro zkoušku na nečistoty je nejvýše 5 %

☉ mez stanovitelnosti: nižší, než měřená hodnota

2.2.60

Teplota tání – instrumentální metoda

2.2.60 Teplota tání – instrumentální metoda

- ☞ alternativní k již existujícím metodám:
 - ☞ 2.2.14 Teplota tání – kapilární metoda
 - ☞ 2.2.15 Teplota tání – metoda v otevřené kapiláře
 - ☞ 2.2.16 Teplota tání – stanovení v kovovém bloku
- ☞ bude použita v člancích, které budou postupně revidovány
- ☞ praxe ukáže její použitelnost

2.2.60 Teplota tání – instrumentální metoda

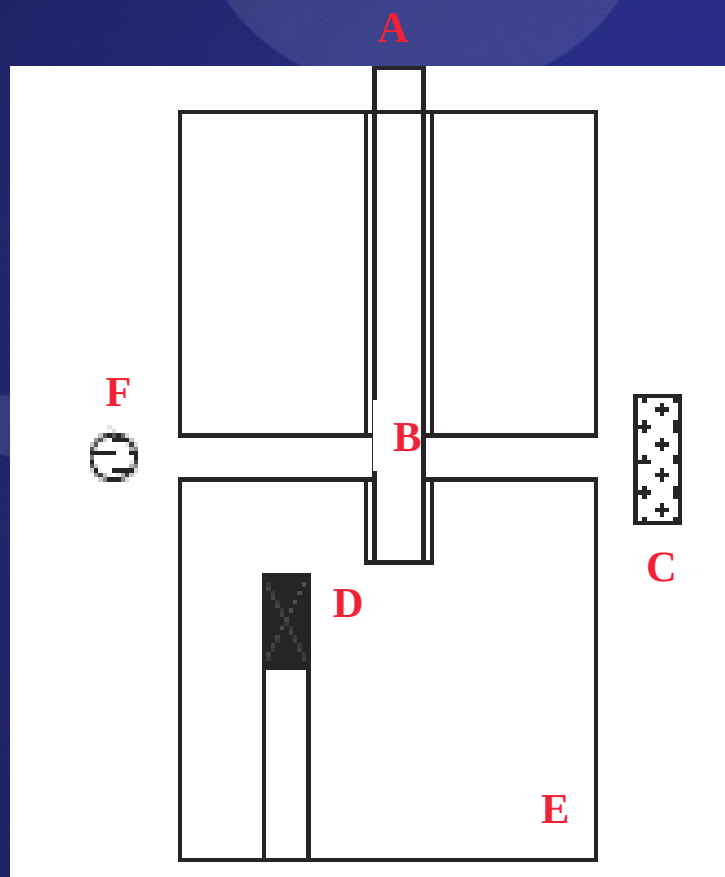
- Popis zařízení
- Postup
- Způsob kalibrace
- Test způsobilosti

2.2.60 Teplota tání – instrumentální metoda

Způsoby zajištění automatického sledování:

- A. měření propustnosti světla kapilárou naplněnou vzorkem
- B. měření světla odraženého od vzorku v kapiláře

2.2.60 Teplota tání - způsob A



A = skleněná kapilára

B = vzorek

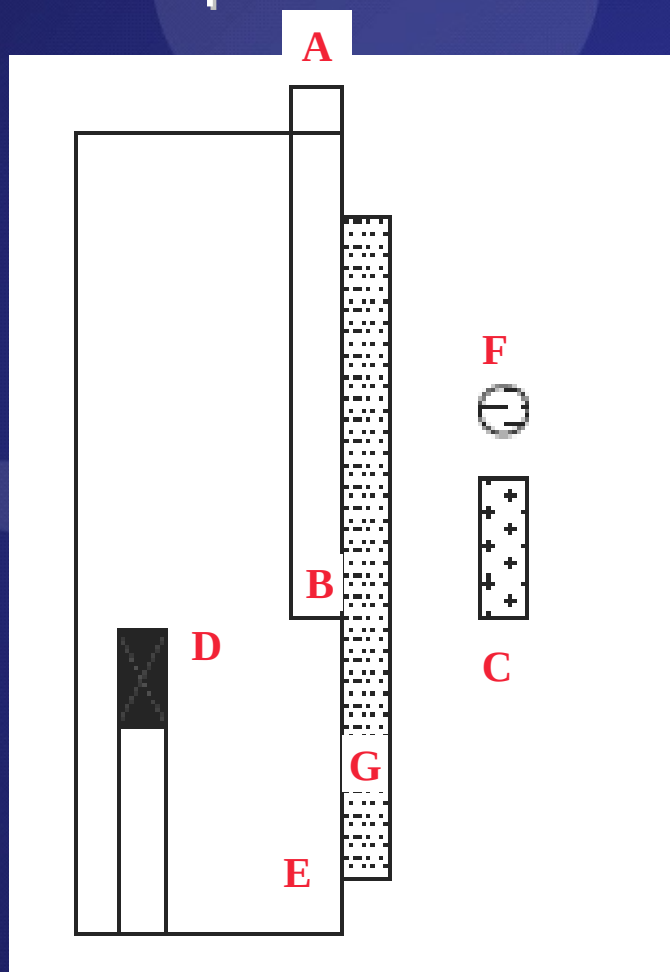
C = fotosenzor

D = teplotní senzor

E = ohřívací blok

F = zdroj světla

2.2.60 Teplota tání – způsob B



A = skleněná kapilára

B = vzorek

C = senzor záznamu

D = teplotní senzor

E = ohřívací blok

F = zdroj světla

G = průhledná deska

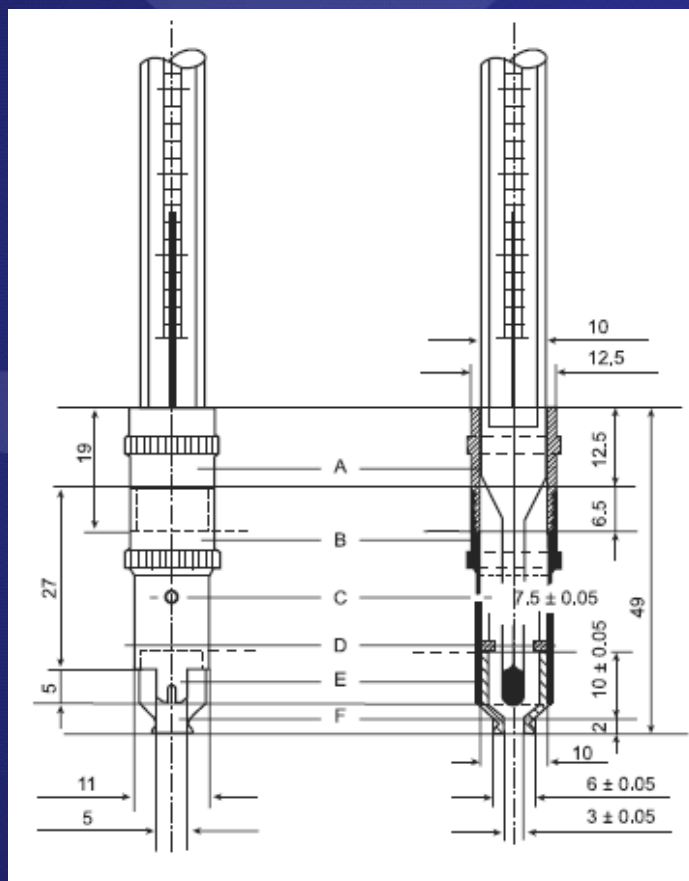
REVIDOVANÉ v ČL 2009

- ☞ 2.2.17 Teplota skápnutí (6.0)
- ☞ 2.2.22 Atomová emisní spektrometrie (6.0)
- ☞ 2.2.23 Atomová absorpční spektrometrie (6.0)

2.2.17 Teplota skápnutí

- ☉ Teplota, při níž skápně první kapka tající zkoušené látky z nádoby za defin. podmínek.
- ☉ Metoda A již je použita v 8 člancích:
 - ☉ vosky, vazelíny, glyceromakrogol-lauráty
- ☉ Pokud v článku není specifikována metoda, použije se metoda A. Jakékoliv změny metody A na metodu B se validují.
- ☉ Automatická metoda (Metoda B) - není zatím použita.

Teplota skápnutí – metoda A



A = horní část kovového pouzdra

B = dolní část kovového pouzdra

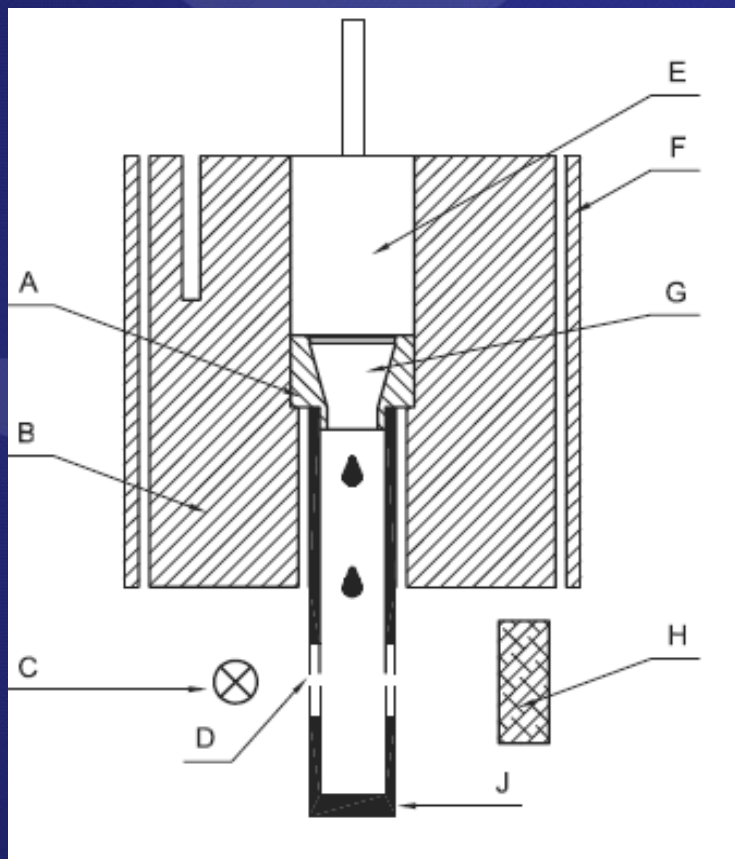
C = otvor k vyrovnávání tlaku

D = pevná podpěra

E = upínací pásky

F = kovová nádobka na vzorek

Teplota skápnutí – metoda B



- A = držák nádoby
- B = ohřívací blok
- C = zdroj světla
- D = světelná štěrba
- E = montážní kazeta
- F = zahřívací prvek
- G = nádoba na vzorek
- H = fotosenzor
- J = trubkový sběrač
- K = teplotní sonda

2.2.22 Atomová emisní spektrometrie (AES)

- ☉ přizpůsobená běžné praxi
- ☉ uvádí četné detaily interferencí
- ☉ paměťový efekt
- ☉ postup
- ☉ validaci metody

Použití AES

ve **40** člancích a obecních statích

- Stanovení Al, Ti, Zn, Ag, Ba, Mg, K, Na v pomocných látkách
- 2.5.14 Stanovení Ca ve vakcínách
- Extrahovatelný Ti, Zn v části 3.1 Obaly a obalový materiál

2.2.23 Atomová absorpční spektrometrie (AAS)

- přizpůsobená běžné praxi
- uvádí četné detaily pro:
 - způsob atomizace vzorku
 - interferenci
 - korekci pozadí
 - volbu operačních podmínek
 - postup
 - validaci metody

Použití AAS

ve **100** člancích a obecných statích

- 🌀 2.4.10 Pb v cukrech
- 🌀 2.4.15 Ni v polyolech
- 🌀 2.4.27 Těžké kovy v rostlinných drogách
- 🌀 2.4.31 Nikl v hydrogenovaných rostlinných olejích
- 🌀 Extrahovatelný Zn v části 3.1 Obaly a obalový materiál
- 🌀 Fe, Pb v pomocných látkách

Děkuji za pozornost