

# ICP-AES 法测定盐酸多西环素中残留钯催化剂的含量

ICP-067

**摘要:** 建立直接用水溶解盐酸多西环素样品, 采用 ICP-AES 法测定盐酸多西环素样品微量残留钯的含量。实验结果表明, 该方法线性相关系数大于 0.9999, 样品相关性  $R^2$  大于 0.999, 样品加标回收率大于 90%。该方法操作简单, 可以快速检测盐酸多西环素中残留钯催化剂的含量, 为盐酸多西环素药品的监控提供了一种新的检测方法。

**关键词:** 盐酸多西环素 钯催化剂 ICP-AES

随着贵金属作为催化剂在药物合成、航空工业、石油化工等领域的应用, 贵金属及其化合物被越来越广泛的带入食品、药品及其他日常用品中。研究表明, 贵金属并非以惰性形式存在, 而是容易形成有机金属化合物, 被吸收进入空气、土壤、水体、植物中, 从而进入人体内, 引起接触性皮炎、鼻炎、结膜炎、气喘和风疹等过敏性疾病。所以寻找适当的分析方法来监测环境以及生物样品中痕量以及超痕量的贵金属元素, 对当前的环境研究具有非常积极的意义。

在之前的文献中, 一般采用湿法消解盐酸多西环素样品, 利用 ICP-MS 测定微量钯的含量, 由于钯的某些氧化物以及氯化物的挥发性较大, 所以在样品的前处理过程中会造成金属钯的损失, 影响测定结果。

本文建立直接用水溶解盐酸多西环素样品, 利用 ICP-AES 测定盐酸多西环素样品微量残留钯的含量, 并采用内标法克服仪器漂移和校正基体效应。该方法操

作简单、快速、便于大批样品的分析, 为出口药品中的痕量钯监测提供了一种新的途径。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 HCl 试剂优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

称取 2.5 g 试样, 并加入 1 mg/L 的内标 Y 元素 1 mL, 用纯水定容至 25 mL。同时称取 2.5 g 不含钯的样品, 制作方法空白。

### 1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

## 结果与讨论

### 2.1 标准曲线配制

配制钯标准溶液, 加入 1 mg/L 的内标 Y 元素 1 mL, 用 1% 盐酸的定容至 25 mL, 如表 2。

表2 钯元素标准曲线浓度及分析波长

元素	分析波长 (nm)	标准曲线浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )			
		Blank	STD1	STD2	STD3
Pd	340.458	0	20	50	100

## 2.2 标准曲线

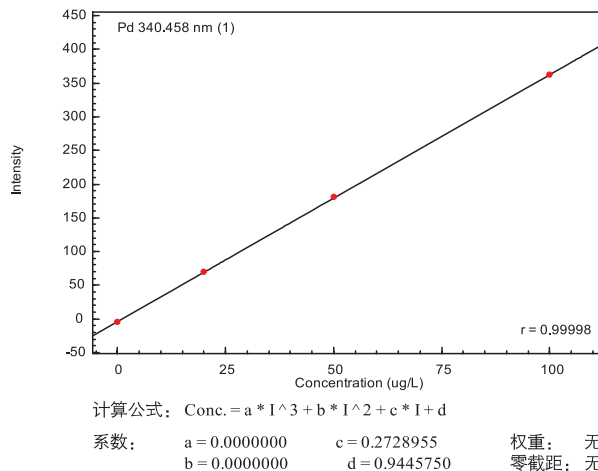


图1 Pd的标准曲线

由钯元素的标准曲线可以看出, 在 0.00 ~ 100 µg/L 浓度范围内, Pd 元素浓度与强度有着良好的线性关系, 相关系数为  $r=0.99998$ 。

## 2.3 谱峰轮廓图

标准溶液 50 µg/L、标准溶液 20 µg/L、方法空白溶液、样品 2.5 g 溶于 25 mL 纯水中的样品溶液的谱图见图 2; 样品 +20 µg/L、样品 +30 µg/L、样品 +40 µg/L 溶液的谱图见图 3。

Pd 340.458 Best  
条件1

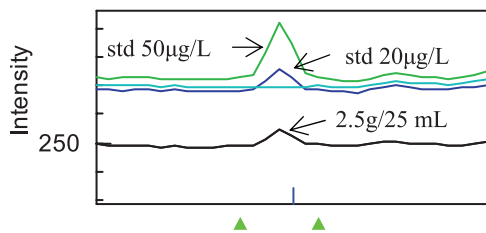


图2 Pd的谱峰轮廓图

Pd 340.458 Best  
条件1

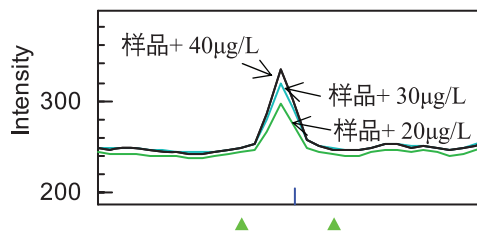


图3 Pd的谱峰轮廓图

## 2.4 方法检出限

使用 ICP-AES 法对样品空白进行 10 次测定, 取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为钯元素的检出限, 钯元素的方法检出限为 11.7 µg/kg; 取 10 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为钯元素的测定下限, 钯元素的方法测定下限为 39.3 µg/kg。该方法测定下限远远低于出口盐酸多西环素药品的限量值 10 mg/kg。

## 2.5 分析结果及重复性实验

应用本方法测定盐酸多西环素样品 6 份, 每个样品重复测定 3 次, 其结果见表 3。

表3 分析结果

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定结果 (µg/L)	钯含量 (µg/kg)	RSD (n=3) (%)	钯含量 平均值(µg/kg)
样品1#	2.5043	25	15.9	158.7	0.36	161.1
样品2#	2.5082	25	16.7	166.5	2.48	
样品3#	2.4975	25	15.3	153.2	1.90	
样品4#	2.4980	25	16.6	166.1	4.77	
样品5#	2.4960	25	15.6	156.3	3.05	
样品6#	2.5338	25	16.8	165.8	1.86	

该 6 份样品测定的重复性实验 RSD 值 < 3.6%。

## 2.6 样品相关性实验

分别称取 2.0 g、2.5 g 和 3.0 g 样品溶于 25 mL 纯水中，求出样品质量与浓度的相关性。

表4 样品质量与浓度的相关性

样品名称	称取质量(g)	定容体积(mL)	测定结果( $\mu\text{g/L}$ )	质量与浓度的相关性 $R^2$
样品7#	2.0242	25	13.0	0.999
样品8#	2.5008	25	16.0	
样品9#	2.9920	25	19.0	

由上表可以看出，样品质量在 2 g~3 g 范围内，样品质量与浓度具有较好的相关性，相关系数  $R^2 > 0.999$ ，满足《中国药典》标准分析方法的验证要求。

## 2.7 样品加标回收率实验

称取 2.5 g 样品，分别向其中加入 20、30 和 40  $\mu\text{g/L}$  的标准溶液钯，定容至 25 mL。对样品进行加标回收率实验，见表 5。

表5 样品加标回收率

样品名称	称取质量(g)	定容体积(mL)	理论值( $\mu\text{g/L}$ )	加标量( $\mu\text{g/L}$ )	加标后测定值( $\mu\text{g/L}$ )	回收率(%)	RSD (n=3)(%)
样品10#	2.5041	25	16.13	20	34.4	91.33	2.83
样品11#	2.5077	25	16.16	20	35.4	96.21	1.05
样品12#	2.4994	25	16.10	20	36.1	99.98	2.16
样品13#	2.4991	25	16.10	30	43.2	90.33	1.03
样品14#	2.4980	25	16.09	30	43.3	90.68	1.57
样品15#	2.4984	25	16.10	30	44.2	93.67	2.60
样品16#	2.4985	25	16.10	40	53.9	94.50	0.64
样品17#	2.5012	25	16.12	40	52.9	91.96	0.57
样品18#	2.5054	25	16.14	40	53.3	92.89	0.46

结果表明，ICP-AES 测定水溶的盐酸多西环素样品中钯元素，加标回收率在 90.33% ~ 99.98% 之间；相对标准偏差小于 3%，即该方法的实验数据准确可靠。

## 结论

采用直接用水溶解盐酸多西环素样品，用 ICP-AES 法测定了样品中微量钯元素的含量。该方法线性良好，检出限低，精密度高，样品质量与浓度的相关性及样品加标回收率满足《中国药典》标准分析方法的验证要求。该方法操作简单、快速、便于大批样品的分析，为出口药品中的痕量钯监测提供了一种新的检测途径。