

# 微波消解ICP-AES法测定钯碳催化剂中钯含量

## ICP-013

**摘要：**采用微波消解法前处理钯碳催化剂样品，使用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-AES)快速测定钯碳催化剂中钯含量，回收率在98.6%~101.2%之间，线性相关系数大于0.9999，相对标准偏差在0.56%~0.90%之间。该方法快速、准确、经济环保。适用于石油化工、精细化工尤其制药工业中快速测定钯碳催化剂中的钯含量。

**关键词：**ICP-AES 钯碳催化剂 钯 制药 药典

药品原药的合成过程中，往往会使用该金属催化剂，按照《关于新药品原药中残留杂质的指南》(日本医食审发第1216001号，2002年12月16日)，将其归类为无机杂质，需要被去除。根据该指南，采用日本制药标准收录的试验方法或适宜的方法对残留金属催化剂进行分析，在开发阶段进行评估。在海外，欧洲医药产品评估机构(European Medicines Agency, EMEA)于2008年2月21日颁布了关于限制药品生产工序中金属催化剂及金属试剂限量的指南，设定了14种金属的容许限值。另外，美国药典(United States Pharmacopoeia, USP)也在其刊物Pharmacopoeia Forum 34(5)(2008年9-10月)中，提出了31种金属的容许限值及其试验方法。钯碳(Palladium on carbon, Pd/C)催化剂是一种高活性、高选择的加氢催化剂，其活性源于钯对氢的强烈吸附和活化，以及碳载体对钯的高度分散作用。该催化剂在石油化工、精细化工和有机合成中有着广泛的应用，特别是在制药工业中尤为重要。制药工业中钯碳催化剂能够催化氢化烯、炔、酮、腈、亚胺、叠氮化物、硝基化合物、苯环以及杂环芳香等化合物。钯碳催化剂是以活性碳为载体的贵金属钯，该催化剂中钯含量的测定及性能评价常规方法，须采用专用的还原灼烧设备，且过程繁琐，耗时长，试剂用量大。碳钯催化剂中钯含量的测定还通常采用分光光度法，但其中所使用的糠偶酰二肼、异丙醇、三氯甲烷等有机试剂都具有一定的毒性，不仅影响分析

人员的身体健康，而且会产生严重的污染，为废液处理带来了很大的压力。本文提出了一种快速、准确、经济环保和利于人体健康的分析测试方法。适用于石油化工、精细化工尤其制药工业中快速测定钯碳催化剂中的钯含量。

## 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

实验所用器皿均为玻璃制品；实验所用酸均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

称量0.10 g经110℃烘干2小时的钯碳催化剂样品于微波消解罐中，依次加入1 mL去离子水、5 mL盐酸和3 mL硝酸，设置升温程序进行消解，同时制备空白样品。冷却后，转移到100 mL容量瓶中，去离子水定容到刻度，然后稀释50倍后，待测。

## 结果与讨论

### 2.1 仪器参数和分析线的选择

仪器稳定后，按表1仪器工作条件，将混合标准溶液依次喷入，制定工作标准曲线。

表1 仪器工作条件

观测方向	等离子体流速 (L/min)	冷却气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	0.6	10	0.7	27.12	1.2

岛津ICPE-9000软件[助手功能]可自动进行测定元素的波长选择,选择共存元素谱线干扰小,检出限和信背比高的谱线(见图1)

Pd 340.458 Best  
Cond 1

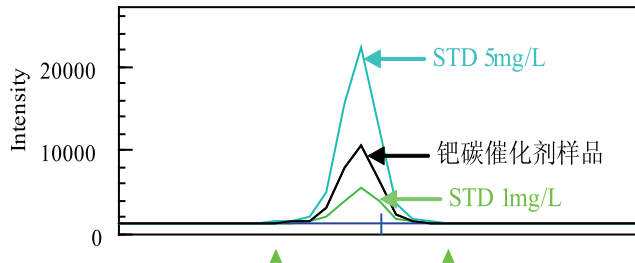


图1 钯元素谱峰轮廓

## 2.2 标准曲线

Pd元素的标准曲线如下:

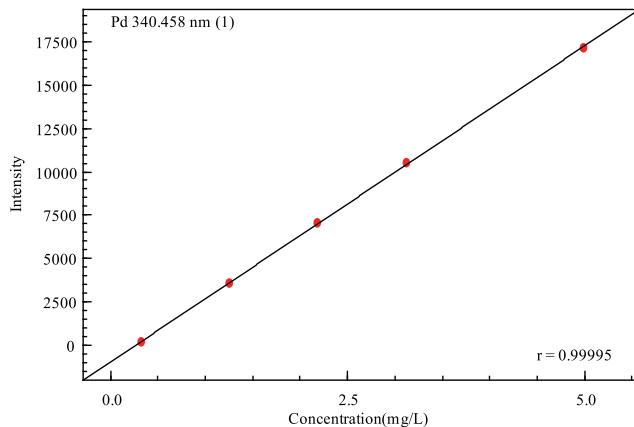


图2 钯的标准曲线

## 2.3 方法的检出限与精密度(RSD%)

对空白标准溶液的分析元素进行10次测定,取3倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限,其结果见表2。

表2 检出限及精密度

元素	Pd
检出限( $\mu\text{g/L}$ )	3.12
RSD(%)	0.90

## 2.4 测定结果及回收率

按实验方法对送检样品进行分析,并进行了加标回收率实验,其结果见表3。

表3 样品分析结果及回收率

样品名称	测定含量 (%)	加标量 (mg/L)	测定总量 (mg/L)	回收率 (%)
钯碳催化剂	10.02	10	9.86	98.60
			9.93	99.30
			10.23	100.23

## 结论

采用电感耦合等离子体发射光谱,运用标准加入法,对六氟磷酸锂电解液中多种杂质元素同时测定,具有快速、简便、检出限低、灵敏度高优点,其准确度、精密度均能满足工业生产中六氟磷酸锂电解液的分析要求。