

石墨炉原子吸收法测定生化药品中的残留钯含量

AAS-090

摘要：本文建立直接用 0.12 mol/L HCl 溶解生化药品样品，使用石墨炉原子吸收法测定了生化药品样品中的残留钯含量。实验结果表明，在较宽的吸光度范围内钯元素的线性关系良好，相关系数 $r=0.9997$ ，方法检出限为 0.28 $\mu\text{g/L}$ ，样品加标回收率在 90%~110% 之间。该方法操作简单，定量准确，可满足水溶性好的生化药品中残留的痕量钯元素测定。

关键词：生化药品 钯炭催化剂 石墨炉 原子吸收

贵金属钯作为催化剂由于催化活性高、选择性好和产生三废少的特点，经常应用在药物合成领域中。研究表明，在药品生产原辅料合成中可能用到含钯属催化剂或含钯试剂，这些试剂很可能在原料药中残留。残留的钯可能以最初的形式存在，直接被摄入人体中；也可能由于后续的化学过程进而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。

基于安全性和质控的严格要求，EMA/CHMP 也颁布了金属催化剂或金属试剂残留量限度的指导文件。

石墨炉原子吸收法测量微量钯相比 ICP-MS 法具有成本方面的优势，被众多中小企业所接受。本文建立直接用 0.12 mol/L HCl 溶解生化药品样品，石墨炉原子吸收法测定了生化药品中的钯含量。该方法灵敏度高、干扰少、操作简单，便于大批量样品的分析，为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 AA-7000 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃材料，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 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

准确称取 0.2 g 样品 (精确至 0.0001 g) 于烧杯中，加入少量 0.12 mol/L HCl 将样品溶解，将溶液转移至 50 mL 容量瓶中，用 0.12 mol/L HCl 定容至刻度，摇匀待测。配制 0.12 mol/L HCl 溶液作为空白。

结果讨论

2.1 仪器条件和参数

仪器工作条件见表 1。

表1 石墨炉条件参数

元素	波长 (nm)	石墨管 类型	点灯方式	灰化		原子化	
				温度(°C)	时间(s)	温度(°C)	时间(s)
Pd	247.6	热解石墨管	BGC-D2	900	20	2600	2

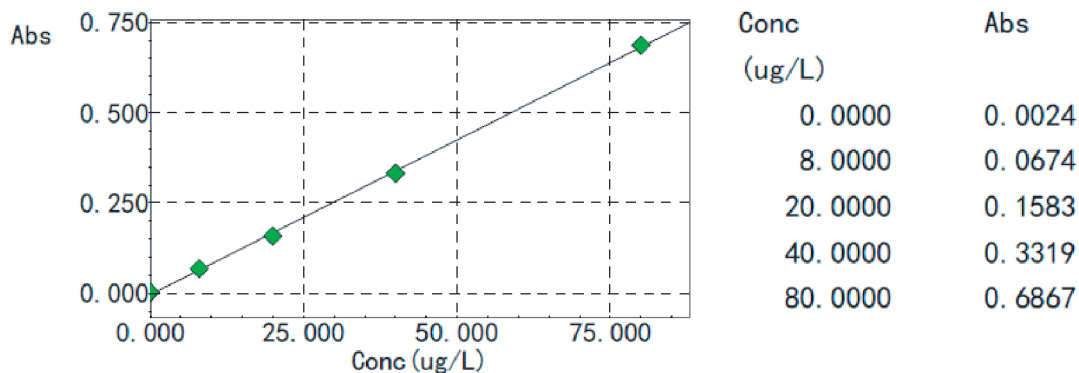
2.2 标准曲线及方程式

配制 80.0 $\mu\text{g/L}$ 钯标准溶液，利用自动进样器自动稀释功能制备系列标准溶液，用石墨炉原子吸收仪测定。标准系列见表 2。

表2 标准曲线浓度

元素	仪器测定方法	标准曲线浓度(μg/L)				
Pd	石墨炉法	0.00	8.00	20.0	40.0	80.0

测得标准曲线如下



$$\text{Abs}=0.0085754\text{Conc}-0.0044904$$

$$r=0.9997$$

2.3 仪器检出限

按照实验方法,对空白溶液重复测定 11 次,取 3 倍的标准偏差除以斜率求得钯元素在溶液中的检出限 0.28 μg/L。

2.4 样品测定结果

按实验方法对样品进行分析,分析结果见表 3。

表3 生化药品样品中钯元素的分析结果

样品名称	称样量 (g)	测定结果 (μg/L)	样品含量 (mg/Kg)	RSD (%)
生化药品	0.2000	4.76	1.19	5.45

2.5 加标回收实验

以同样的方法进行前处理,对生化药品样品进行了加标回收率实验,其结果见表 4。

表4 生化药品中钯的回收试验

元素	加标前 (μg/L)	加标量 (μg/L)	加标后 (μg/L)	回收率 (%)
Pd	4.76	20	24.83	100.4

■ 结论

本文建立直接用 0.12 mol/L HCl 溶解生化药品样品, 使用石墨炉原子吸收法测定了生化药品样品中残留钯的含量。实验结果表明, 在较宽的吸光度范围内钯元素的线性关系良好, 相关系数 $r=0.9997$, 方法检出限为 0.28 $\mu\text{g/L}$, 样品加标回收率在 90%~110% 之间。该方法样品前处理操作简单, 定量准确, 可满足水溶性好的生化药品中残留的痕量钯元素测定。