

Application Example –AAS

制药应用

原子吸收石墨炉法直接进样测试有机基体

中链甘油三酸酯中 Cu、Pb、Cr、Ni、Sn



参照 2020 药典公示稿中链甘油三酸酯测定法—原子吸收分光光度法（通则 0406 第二法），测定中链甘油三酸酯中金属元素 Cu，Pb，Cr，Ni，Sn 含量。

Application Example –AAS

背景介绍

中链甘油三酸酯是由椰子的胚乳硬干部分或由油棕的干胚乳提取的脂肪油分离出的脂肪酸，与甘油酯化而成的饱和脂肪酸的甘油三酯混合物，具有较好的氧化稳定性、冷却稳定性、溶解性及润滑性，黏度低，代谢途径独特，广泛应用于多种食品的配制和加工，同时也是重要的营养原料药。作为一种特殊的能源物质，已成为对各种吸收不良症的确定疗法，还可预防动脉硬化的发生，减少前列腺素、血栓素等的合成，较少引起肺功能和肺血流动力学的变化。此外，可制成稳定的 W /O /W 多重乳状液，可作为油性医药品等，作为一种特殊商品，它与消费者的健康和生命安全休戚相关。

国家药典委员会发布关于中链甘油三酸酯国家药用辅料标准的公示，标准中规定了注射用中链甘油三酸酯金属元素的检测方法：电感耦合等离子体质谱法或原子吸收分光光度法。以上两个方法可选其一。

方法中各元素限值如下：

铬不得过 0.000005%，

铜不得过 0.00001%，

铅不得过 0.00001%，

镍不得过 0.00001%，

锡不得过 0.00001%。



Zeenit 700P 原子吸收光谱仪介绍

- 8 灯座，自动选择和对准光路，单双光束可选
- 火焰、石墨炉无机械切换，保证机械稳定性和光学稳定性
- 横向加热石墨炉，最高加热温度 3000℃，瞬间升温速率达 3000℃/s，高温元素轻松分析
- 氘空心阴极灯或磁场塞曼背景校正，二磁场、三磁场可选，磁场强度可调
- 智能化自动进样器，具有自动稀释、自动富集和智能除残功能

Application Example –AAS

试剂和样品制备

试剂:

甲基异丁基酮 (国药集团)

多元素标准溶液, 100ug/ml (CONOSTAN)

样品处理:

供试品的制备: 准确称取中链甘油三酸酯 2.0g, 置于 10mL 量瓶中, 加甲基异丁基酮 (MIBK) 溶解并稀释至刻度, 摇匀。同法得到空白溶液。

铜、铅、铬、镍系列对照品溶液的制备: 将标准溶液用 MIBK 逐级稀释到 20ug/L。通过软件设置标准加入进样量, 由智能化自动进样器自动稀释, 完成标准加入法曲线的绘制。

锡系列对照品溶液的制备: 将标准溶液用 MIBK 逐级稀释到 200ug/L。通过软件设置标准加入进样量, 由智能化自动进样器自动稀释, 完成标准加入法曲线的绘制。

仪器方法

表 1 仪器参数

元素 / 波长	灯电流[mA]	积分方式	校正模式	自动进样器	石墨管类型
Cu 324.8 nm	2	峰面积	塞曼扣背景	AS-GF	热解涂层石墨管
Pb 283.3 nm	2	峰面积	塞曼扣背景	AS-GF	热解涂层石墨管
Cr 232.0 nm	3	峰面积	塞曼扣背景	AS-GF	热解涂层石墨管
Ni 232.0 nm	3	峰面积	塞曼扣背景	AS-GF	热解涂层石墨管
Sn 224.6 nm	6	峰面积	塞曼扣背景	AS-GF	热解涂层石墨管

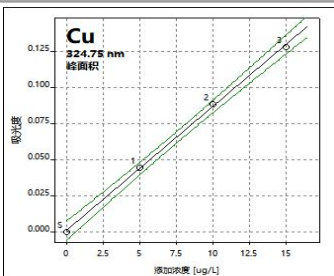
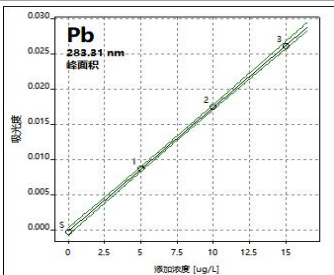
Application Example –AAS

表 2 方法参数

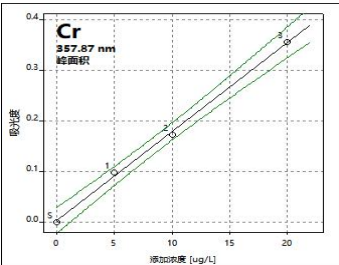
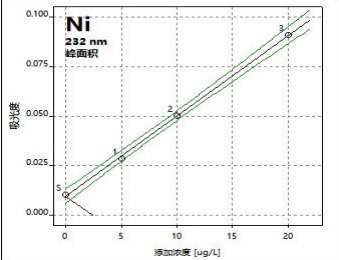
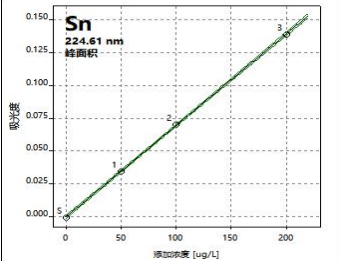
元素 / 波长	灰化 [°C]	原子化 [°C]	升温速率 [°C/s]	积分时间 [s]	基体改进剂
Cu 324.8 nm	700	2200	1500	4.0	无
Pb 283.3 nm	850	2100	1500	2.0	Pd (NO ₃) ₂
Cr 232.0 nm	500	2400	1500	4.5	无
Ni 232.0 nm	1050	2400	1500	5.0	无
Sn 224.6 nm	850	2400	1500	2.0	无

结果

标准曲线信息

元素/波长	曲线
Cu 324.8nm R=0.999	 标准加入法数据 R: 0.999663232 斜率: 0.00854 吸光度/ug/L 方法标准偏差: 0.20522 ug/L 特征浓度: 0.51054 ug/L/1%A y=a+bx a=0.0012541 b=0.0085399
Pb 283.3nm R=0.999	 标准加入法数据 R: 0.999949931 斜率: 0.00177 吸光度/ug/L 方法标准偏差: 0.07911 ug/L 特征浓度: 2.46847 ug/L/1%A y=a+bx a=-.0001867 b=0.0017663

Application Example –AAS

元素/波长	曲线
Cr 357.8nm R=0.999	 标准加入法数据 R: 0.999172335 斜率: 0.01757 吸光度/ug/L 方法标准偏差: 0.42577 ug/L 特征浓度: 0.24819 ug/L/1%A y=a+bx a=0.0033077 b=0.0175674
Ni 232.0nm R=0.999	 标准加入法数据 R: 0.999691460 斜率: 0.00404 吸光度/ug/L 方法标准偏差: 0.25985 ug/L 特征浓度: 1.07834 ug/L/1%A y=a+bx a=0.0097578 b=0.0040433
Sn 224.6nm R=0.999	 标准加入法数据 R: 0.999988792 斜率: 0.00070 吸光度/ug/L 方法标准偏差: 0.49516 ug/L 特征浓度: 6.25216 ug/L/1%A y=a+bx a=-.0002769 b=0.0006974

测试结果

样品	元素	测定值 (ug/L)	平行样 RSD(%)	样品含量 (mg/kg)	药典限量 (mg/kg)	方法检出限 (mg/kg)
样品 B	Cu	0.15	2.8	0.00075	0.1	0.0005
	Pb	0.36	1.3	0.0018	0.1	0.0004
	Cr	0.18	1.7	0.0009	0.05	0.0008
	Ni	1.56	2.4	0.0078	0.1	0.005
	Sn	ND	2.0	0.0001	0.1	0.01

备注：各元素测定结果均小于药典规定限制；

方法检出限=测试检出限*5（稀释倍数）

Application Example –AAS

讨论

---本次实验参照 2020 药典中链甘油三酸酯测定—原子吸收分光光度法（通则 0406 第二法），即石墨炉原子吸收法直接进样测定有机基体中链甘油三酸酯中金属元素 Cr、Cu、Pb、Ni、Sn 含量。

----本报告各元素方法检出限远低于药典限量值，被分析产品各元素含量低于药典限量，产品质量合规。

--- 数据表明，该方法灵敏度高，检出限低，平行样品重复性好，仪器稳定可靠，可以精确分析中链甘油三酸酯中金属元素含量。

Application Example –AAS

附录一

《中国药典》2020 版—中链甘油三酸酯国家药用辅料标准金属元素检测方法

金属元素（供注射用）

第一法（电感耦合等离子体质谱法）

取本品 0.1g，置聚四氟乙烯消解罐内，加入硝酸 8 ml 和 30%过氧化氢溶液 2ml，混匀，盖上内塞，静置过夜，于 100℃预消解 2 小时后，拧紧外盖，置适宜的微波消解仪内，进行消解。消解完全后，取消解内罐置电热板上，缓缓加热至红棕色蒸气挥尽并近干，用去离子水转移至 10ml 量瓶中，稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液；同法制备空白溶液；另分别精密量取铜、铅、铬、镍、锡元素标准溶液适量，用 1%硝酸溶液定量稀释制成每 1ml 中含铜、铅、铬、镍、锡浓度分别为 0~30ng 的系列对照品溶液。照电感耦合等离子体质谱法（通则 0412）测定。含铬不得过 0.000005%，铜不得过 0.00001%，铅不得过 0.00001%，镍不得过 0.00001%，锡不得过 0.00001%。

第二法（原子吸收分光光度法）

铬 供试品溶液的制备 取本品 2.0g，置 10ml 量瓶中，加甲基异丁基酮溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

对照品贮备液的制备 精密量取铬标准溶液（1000 μg/ml）0.1ml，置 100ml 量瓶中，用甲基异丁基酮稀释至刻度，摇匀；精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，用甲基异丁基酮稀释至刻度，摇匀，即得。

对照品溶液的制备 取本品 3 份，每份 2.0g，置三个 10ml 量瓶中，分别精密加入对照品贮备液 0.5ml、1.0ml 与 2.0ml，加甲基异丁基酮溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 取对照品溶液与供试品溶液，照原子吸收分光光度法（通则 0406 第二法），采用石墨炉原子化器，在 357.8nm 的波长处测定，计算，即得。含铬不得过 0.000005%。

铜 供试品溶液的制备 取本品 2.0g，置 10ml 量瓶中，加甲基异丁基酮溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

对照品贮备液的制备 精密量取铜标准溶液（1000 μg/ml）0.1ml，置 100ml 量瓶中，用甲基异丁基酮稀释至刻度，摇匀；精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，用甲基异丁基酮稀释至刻度，摇匀，即得。

对照品溶液的制备 取本品 3 份，每份 2.0g，置三个 10ml 量瓶中，分别精密加入对照品贮备液 1.0ml、2.0ml 与 4.0ml，加甲基异丁基酮溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 取对照品溶液与供试品溶液，照原子吸收分光光度法（通则 0406 第二法），采用石墨炉原子化器，在 324.7nm 的波长处测定，计算，即得。含铜不得过 0.00001%。

铅 供试品溶液的制备 取本品 2.0g，置 10ml 量瓶中，加甲基异丁基酮溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

对照品贮备液的制备 精密量取铅标准溶液（1000 μg/ml）0.1ml，置 100ml 量瓶中，用甲基异丁基酮稀释至刻度，摇匀；精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，用甲基异丁基酮稀释至刻度，摇匀，即得。

对照品溶液的制备 取本品 3 份，每份 2.0g，置三个 10ml 量瓶中，分别精密加入对照品贮备液 1.0ml、2.0ml 与 4.0ml，加甲基异丁基酮溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

Application Example –AAS

测定法 取对照品溶液与供试品溶液，照原子吸收分光光度法（通则 0406 第二法），采用石墨炉原子化器，以钼为基体改进剂，在 283.3nm 的波长处测定，计算，即得。含铅不得过 0.00001%。

镍 供试品溶液的制备 取本品 2.0g，置 10ml 量瓶中，加甲基异丁基酮溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

对照品贮备液的制备 精密量取镍标准溶液（1000 $\mu\text{g/ml}$ ）0.1ml，置 100ml 量瓶中，用甲基异丁基酮稀释至刻度，摇匀；精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，用甲基异丁基酮稀释至刻度，摇匀，即得。

对照品溶液的制备 取本品 3 份，每份 2.0g，置三个 10ml 量瓶中，分别精密加入对照品贮备液 1.0ml、2.0ml 与 4.0ml，加甲基异丁基酮溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 取对照品溶液与供试品溶液，照原子吸收分光光度法（通则 0406 第二法），采用石墨炉原子化器，在 232.0nm 的波长处测定，计算，即得。含镍不得过 0.00001%。

锡 供试品溶液的制备 取本品 2.0g，置 10ml 量瓶中，加甲基异丁基酮溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

对照品贮备液的制备 精密量取锡标准溶液（1000 $\mu\text{g/ml}$ ）0.1ml，置 100ml 量瓶中，用甲基异丁基酮稀释至刻度，摇匀；精密量取 1ml，置 10ml 量瓶中，用甲基异丁基酮稀释至刻度，摇匀，即得。

对照品溶液的制备 取本品 3 份，每份 2.0g，置三个 10ml 量瓶中，分别精密加入对照品贮备液 1.0ml、2.0ml 与 4.0ml，加甲基异丁基酮溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

测定法 取对照品溶液与供试品溶液，照原子吸收分光光度法（通则 0406 第二法），采用石墨炉原子化器，以钼为基体改进剂，在 286.3nm 的波长处测定，计算，即得。含锡不得过 0.00001%。

以上两个方法可选做一个。