

微波消解琥珀酸亚铁片

一、前言

琥珀酸亚铁片，为白色片剂，缺铁性贫血的预防及治疗。过量误服，可能产生坏死性胃炎、肠炎，患者可有严重呕吐、腹泻及腹痛，以致血压降低，代谢性酸中毒，甚至昏迷等急性中毒症状。本品适宜孕妇、哺乳期妇女使用。中后期妊娠妇女铁摄入量减少，而需要量增加，此时是补铁最佳时期。儿童必须在成人监护下使用。为了防止过量中毒，儿童服药量按每日每公斤体重 9~18mg，分三次服用为宜。为检测琥珀酸亚铁片中的多种重金属元素含量，选择微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，该方法还有回收率高、空白低等特点，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

新仪 TANK 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等



2.2、试剂

硝酸(68%)，氢氟酸(40%)，硫酸(98%)，高氯酸(72%)，过氧化氢(30%)

三、实验方法

3.1、方法一

称取粉碎后的琥珀酸亚铁片粉末约 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 2mL 硫酸，将消解罐放置在赶酸器上 120℃加热 30min 左右，取下冷却后补加 4mL 硝酸和 2mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	5
2	180	5
3	210	30

实验结束，待冷却至 60℃以下，消解罐转移至通风橱中缓慢打开，放置在赶酸器上 150℃赶酸至剩余硫酸，加水稀释，溶液澄清透明，样品可完全消解。

3.2、方法二

重新称取粉碎后的琥珀酸亚铁片粉末约 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，将消解罐放置在赶酸器上 120℃预处理 30min 左右，取下冷却后补加 2mL 过氧化氢和 2mL 氢氟酸，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	时间/min
1	150	5
2	180	5
3	210	60

实验结束，待冷却至 60℃以下，消解罐转移至通风橱中缓慢打开，补加 1mL 高氯酸，放置在赶酸器上 150℃赶酸至 0.5mL 左右，转移至量杯中加水稀释，溶液澄清透明，样品可完全消解。

四、结果与讨论

实验选择的琥珀酸亚铁片样品，取样量为 0.1g，可采用硫酸+硝酸+氢氟酸的混酸体系进行实验；也可采用硝酸+过氧化氢+氢氟酸的混酸体系进行实验，赶酸时加入高氯酸。最高实验温度均为 210℃，根据不同方法选用不同的保温时间，样品均可完全溶解。

五、注意事项

- 1、实验中加入氢氟酸，后续必须进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿造成腐蚀和影响检测结果。
- 2、硫酸沸点较高，无法通过赶酸去除。
- 3、高氯酸与有机样品反应反应剧烈，微波消解实验中严禁使用，可在赶酸步骤中少量添加。