

石墨炉原子吸收法测定维生素 B₁ 中铅的含量

杨景广

(北京普析通用仪器有限公司 北京 100081)

摘要 本文采用横向加热石墨炉原子吸收光谱法, 试样经混酸消解后, 注入原子吸收分光光度计石墨炉中, 电热原子化后吸收 283.3nm 共振线, 测定维生素 B₁ 中铅的含量, 获得了满意的结果。

关键词 维生素 B₁ 横向加热石墨炉 热解涂层

1. 前言

维生素 B₁ (VB₁) 是由嘧啶环及噻唑环结合而成的化合物, 因分子中含有硫及胺, 故又称为硫胺素, 人体摄入 VB₁ 不足会引起脚气病; 脂肪代谢障碍, 导致胰液的作用低下, 脂肪消化吸收不良, 脂血症; 水代谢障碍, 发生浮肿、下痢、心肌水性浸润 (心包积水), 低蛋白血症; 胃肠功能紊乱, 胃肠运动降低, 消化液分泌减少, 发生便秘或下痢; 甲状腺机能降低, 出现妊娠泌乳不良, 但在脑细胞利用葡萄糖转化为能源时不可缺乏维生素 B₁, 因此维生素 B₁ 不足的话, 脑功能就会低落, 造成糊涂, 打瞌睡, 所以当人们出现打瞌睡, 或糊涂频繁时, 就必须怀疑维生素 B₁ 不足而造成的代谢障碍。

在维生素 B₁ 生产过程中有可能引进金属铅, 当铅的含量超过一定量时会发生铅中毒现象。铅中毒临床主要表现为头痛、眩晕、嗜睡、易激动, 重者可有抽搐、恶心、呕吐、食欲不振、口有金属味等。为了保证人们在服用维生素 B₁ 时, 不会出现上述症状, 需对生产的原料和成品进行检测。

本文应用横向加热石墨炉原子吸收技术测定了维生素 B₁ 中铅的含量。

2. 方法原理

将 VB₁ 样品用 HNO₃-HClO₄ 消解后, 注入原子吸收分光光度计石墨炉中, 采用横向加热技术, 测定样品中的铅含量^[1, 2]。

3. 仪器及试剂:

3.1 仪器

3.1.1. 原子吸收分光光度计: 北京普析通用仪器有限公司产品, TAS-990 型。

3.1.2 电热板

3.1.3 Pb 空心阴极灯

3.2. 试剂

3.2.1 Pb 的标准储备液。浓度均为 1000μg/mL。

3.2.2 Pb 的标准使用液。浓度均为 1μg/mL。

3.2.3 1% HNO₃, 由优级纯浓 HNO₃ 配制。

3.2.4 高氯酸

3.2.5 去离子水

4. 仪器参数

灯电流: 3mA

光谱带宽: 0.4 nm

波长: 283.3nm

背景校正： 氘灯扣背景方式
 进样量： 10 μL
 石墨管： 热解涂层石墨管
 升温参数： 见表 1

表 1 石墨炉升温参数

	温度 °C	升温时间 s	保持时间 s
干燥	100	10	10
灰化 2	480	5	10
原子化	2000	0	3
清除	2100	0	2

5. 样品制备:

样品系某一药厂提供。

准确称取经 80°C 烘干后的试样 2.000g 于高脚烧杯中, 加入 15mL 硝酸, 3mL 高氯酸盖上表面皿浸泡过夜, 第二天于电热板上低温缓慢消化, 当剧烈反应时取下, 反应平稳时继续消化, 待红棕色烟冒尽, 升温继续消化至冒白烟, 消化液呈无色或淡黄色, 取下, 冷却, 用水少量多次转移定容于 25.0mL 比色管中摇匀, 上机待测^[3]。同时做空白样品。

6 试样分析

6.1 标准曲线

工作曲线的配置: 吸取 Pb 标准使用液 0.0、0.1、0.2、0.4、0.5mL 于 10.0mL 容量瓶中, 使用 0.1% HNO₃ 定容至刻度, 摇匀, 此溶液中含 Pb 分别为: 0.0、10.00、20.00、40.00、50.00ng/mL。

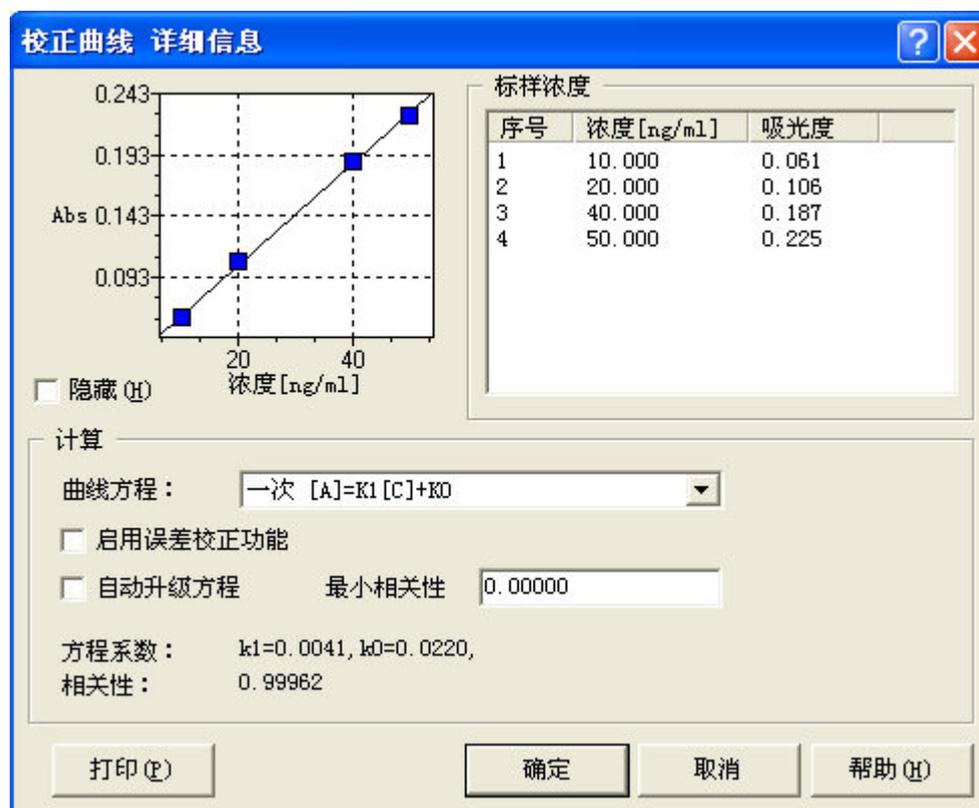


图 1 标准曲线

标准曲线: 0, 10.00, 20.00, 40.00, 50.00ng/mL, 1% HNO_3 介质。

吸光度与铅浓度的相关方程: $A=0.0041C+0.0220$ 相关系数 $r=0.99962$

6.2 样品测定

对制药厂提供的未知样品中的铅含量进行测定, 同时采用加标回收测定回收率, 结果见表 2。

表 2 维生素 B_1 分析结果

	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4
原样浓度 ng/mL	13.6	9.6	10.03	6.8
加入浓度 ng/mL	10	15	10	15
测得浓度 ng/mL	23.2	24.9	19.8	21.3
回收率%	96.0	102	97.7	96.7

注: 样品 1、3 是维生素 B_1 盐酸硫胺; 样品 2、4 是维生素 B_1 硝酸硫胺。

为增加维生素 B_1 的水溶性可以制成硫胺的盐酸盐或硝酸盐, 从分析结果可以看出, 维生素 B_1 硫胺盐酸盐中铅的含量要大于维生素 B_1 硫胺硝酸盐中铅的含量, 这也给生产厂家指明, 为了减少药剂中铅的含量, 除了避免生产过程中污染以外, 还应选用铅含量较低的硝酸硫胺的途径比较好。

6.3 结论

由以上结果表明石墨炉测铅回收率高, 检出限低为 $0.024\mu\text{g/l}$, 重现性好、精密度为 $0.90\% \sim 4.3\%$ 、方法简单, 是测试低含量样品的首选方法。

参考文献

- [1] 孙汉文, 原子吸收光谱分析技术. 北京: 中国科学技术出版社, 1992
- [2] 邓勃, 何华焜, 原子吸收光谱分析. 北京: 化学工业出版社, 2004
- [3] 阎军, 胡文祥, 分析样品制备. 北京: 解放军出版社, 2003