

微波消解化学药

1 前言

化学药是缓解、预防和诊断疾病，以及具有调节机体功能的化合物的统称。化学制药业是化学原料的分解，合成技术与现代临床诊断医学相结合的制造业，也是衡量一个国家制药能力和水平的主要标志之一。在行业快速发展的同时也要保证化学药的安全性，例如几年前的“毒胶囊”事件，就是重金属超标造成的。为了对药品中重金属含量进行有效的测定，选择微波消解作为前处理方法，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续对微量元素元素的准确快速测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANKPLUS 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%)，纯水(一级)

3 实验方法

3.1 样品制备

选取一类化学药样品，碾碎成细小粉末。

3.2 酸体系探究

化学药样品主要成分是有机物，选用硝酸作为实验的首选试剂。在保证消解完全的前提

下，加入适量的纯水，降低硝酸浓度，有利于缩短后续赶酸时间。

3.2.1 浓硝酸体系

称取化学药样品 0.5g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，静置 30min 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/°C | 压力/psi | 升温时间/min | 保温时间/min |
|----|-------|--------|----------|----------|
| 1 | 180 | 400 | 12 | 20 |

最高实验压力 320psi，实验结束后，待冷却至 60°C 以下，压力为零，取出罐架，转移至通风橱中打开消解罐。

3.2.2 稀硝酸体系

称取化学药样品 0.5g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 4mL 硝酸，静置 30min 左右，再加入 4mL 纯水，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

| 阶段 | 温度/°C | 压力/psi | 升温时间/min | 保温时间/min |
|----|-------|--------|----------|----------|
| 1 | 180 | 400 | 12 | 20 |

最高实验压力 250psi。

3.3 增加取样量

3.3.1 浓硝酸体系

称取化学药样品 1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，静置 10min 左右 (样品反应剧烈)，在赶酸器上 120°C 预处理 30min，取下冷却后补加 3mL 硝酸，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

| 阶段 | 温度/°C | 压力/psi | 升温时间/min | 保温时间/min |
|----|-------|--------|----------|----------|
| 1 | 180 | 400 | 12 | 20 |

最高实验压力 340psi。

3.3.2 稀硝酸体系

称取化学药样品约 1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸，静置 10min 左右 (样品反应剧烈) ，在赶酸器上 120°C 预处理 30min，取下冷却后补加 8mL 纯水，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

| 阶段 | 温度/°C | 压力/psi | 升温时间/min | 保温时间/min |
|----|-------|--------|----------|----------|
| 1 | 180 | 400 | 12 | 20 |

最高实验压力 210psi。

3.4 实验流程图片



取样

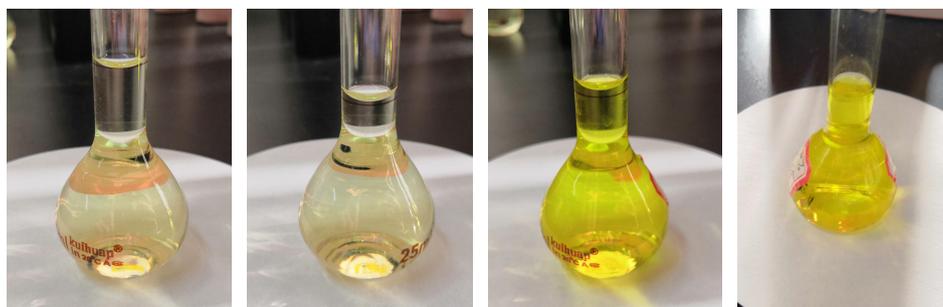
加酸

静置

预处理

消解

赶酸



3.2.1 定容

3.2.2 定容

3.3.1 定容

3.3.2 定容

4 结果与讨论

采用多种方法进行实验，化学药样品均可完全消解。最大取样量控制在 1g 以内，加入硝酸后样品剧烈反应，释放热量，会消耗一定量的酸。为方便后续检测，加入 6mL 的硝酸进行预处理，冷却后补加 8mL 纯水，消解液中硝酸浓度约为 20~30%，实验温度 180 度。

注意事项

因取样量较大且常温下反应剧烈，实验过程中做好防护工作。另外，化学药种类较多，应根据样品实际性质选择最佳方案。