

微波消解紫杉醇化合物

1 前言

紫杉醇别名红豆杉醇，泰素，紫素，特素，是已发现的最优秀的天然抗癌药物，在临床上已经广泛用于乳腺癌、卵巢癌和部分头颈癌和肺癌的治疗。为了对紫杉醇化合物中的多种元素含量进行分析，我们采用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，有利于后续对元素的准确快速测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。

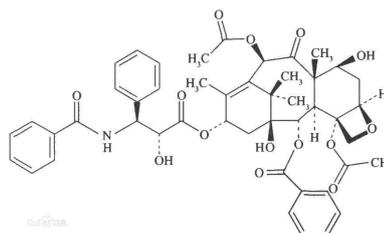


2.2 试剂

硝酸(68%)，硫酸(98%)

3 实验方法

3.1 紫杉醇分子式 (来源网络)



3.2 消解实验

称取样品 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 8mL 硝酸, 静置 15min, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解实验:

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	600
2	180	30	600

实验结束, 待冷却至 60°C 以下, 压力为零时, 取出消解罐转移至通风橱中打开, 放置在赶酸器上, 赶酸至近干, 转移至烧杯中, 加水稀释后溶液中有少量白色絮状物。

重新称取样品 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 0.5mL 硫酸, 放置在赶酸器上 120°C 预处理 30min, 取下冷却后补加 8mL 硝酸, 静置 15min, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解实验:

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	600
2	180	5	600
3	210	45	600

实验结束, 待冷却至 60°C 以下, 压力为零时, 取出消解罐转移至通风橱中打开, 放置在赶酸器上, 将硝酸赶尽, 转移至烧杯中, 加水稀释后溶液澄清透明。

3.3 取样量探究

在取样量 0.1g 时, 最高压力 2.3MPa, 通过验证, 本次实验选择的样品最大取样量为 0.15g。

4 结果

样品取样量在 0.15g 以内, 添加少量硫酸进行加热碳化, 然后加入硝酸进行消解实验,

最高温 210°C保温 40min 左右，样品可完全消解。

注意事项

1. 样品压力较高，在保证检测结果准确性的前提下，尽量选择低取样量
2. 硫酸沸点 338°C，无法通过赶酸去除，且硫酸遇水会释放大量热量，应注意做好防护。