

药物分析之西药分析砷盐检查法 PDF转换可能丢失图片或格式，建议阅读原文

https://www.100test.com/kao_ti2020/18/2021_2022__E8_8D_AF_E7_89_A9_E5_88_86_E6_c23_18166.htm 标准砷溶液的制备 称取三氧化二砷0.132g，置1000ml量瓶中，加20%氢氧化钠溶液5ml溶解后，用适量的稀硫酸中和，再加稀硫酸10ml，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。临用前，精密量取贮备液10ml，置1000ml量瓶中，加稀硫酸10ml，用水稀释至刻度，摇匀，即得(每1ml相当于1 μg的As)。 第一法(古蔡氏法) 仪器装置如图1。A为100ml标准磨口锥形瓶；B为中空的标准磨口塞，上连导气管C(外径8.0mm，内径6.0mm)，全长约180mm；D为具孔的有机玻璃旋塞，其上部为圆形平面，中央有一圆孔，孔径与导气管C的内径一致，其下部孔径与导气管C的外径相适应，将导气管C的顶端套入旋塞下部孔内，并使管壁与旋塞的圆孔适相吻合。粘合固定，E为中央具有圆孔(孔径6.0mm)的有机玻璃旋塞盖，与D紧密吻合。测试时，于导气管C中装入醋酸铅棉花60mg(装管高度为60~80mm)，再于旋塞D的顶端平面上放一片溴化汞试纸(试纸大小以能覆盖孔径而不露出平面外为宜)，盖上旋塞盖E并旋紧，即得。 标准砷斑的制备 精密量取标准砷溶液2ml，置A瓶中，加盐酸5ml与水21ml，再加碘化钾试液5ml与酸性氯化亚锡试液5滴，在室温放置10分钟后，加锌粒2g，立即将照上法装妥的导气管C密塞于A瓶上，并将A瓶置25~40℃水浴中，反应45分钟，取出溴化汞试纸，即得。 若供试品需经有机破坏后再行检砷，则应取标准砷溶液代替供试品，照各药品项下规定的方法同法处理后，依法制备标准砷斑。 检查法 取照各药品项下规定方法制成

的供试液，置A瓶中，照标准砷斑的制备，自“再加碘化钾试液5ml”起，依法操作。将生成的砷斑与标准砷斑比较，不得更深。第二法(二乙基二硫代氨基甲酸银法) 仪器装置如图2。A为100ml标准磨口锥形瓶；B为中空的磨口塞，上连导气管C(一端的外径为8mm，内径为6mm；另一端长180mm，外径4mm，内径1.6mm，尖端内径为1mm)。D为平底玻璃管(180mm，内径10mm，于5.0ml处有一刻度)。测试时，于导气管C中装入醋酸铅棉花60mg(装管高度约80mm)，并于D管中精密加入二乙基二硫代氨基甲酸银试液5ml。标准砷对照液的制备精密量取标准砷溶液5ml，置A瓶中，加盐酸5ml与水21ml，再加碘化钾试液5ml与酸性氯化亚锡试液5滴，在室温放置10分钟后，加锌粒2g，立即将导气管C与A瓶密塞，使生成的砷化氢气体导入D管中，并将A瓶置25~40℃水浴中反应45分钟，取出D管，添加氯仿至刻度，混匀，即得。若供试品需经有机破坏后再行检砷，则应取标准砷溶液代替供试品，照各药品项下规定的方法同法处理后，依法制备标准砷对照液。检查法取照各药品项下规定方法制成的供试液，置A瓶中，照标准砷对照液的制备，自“再加碘化钾试液5ml”起，依法操作。将所得溶液与标准砷对照液同置白色背景上，从D管上方向下观察、比较，所得溶液的颜色不得比标准砷对照液更深。必要时，可将所得溶液转移至1cm吸收池中，用适宜的分光光度计或比色计在510nm波长处以二乙基二硫代氨基甲酸银试液作空白，测定吸收度，与标准砷对照液按同法测得的吸收度比较，即得。【附注】(1)所用仪器和试液等照本法检查，均不应生成砷斑，或至多生成仅可辩认的斑痕。(2)制备标准砷斑或标准砷对照液，应与供试品检查

同时进行。（3）本法所用锌粒应无砷，以能通过一号筛的细粒为宜，如使用的锌粒较大时，用量应酌情增加，反应时间亦应延长为1小时。（4）醋酸铅棉花系取脱脂棉1.0g，浸入醋酸铅试液与水的等容混合液12ml中，湿透后，挤压除去过多的溶液，并使之疏松，在100℃以下干燥后，贮于玻璃塞瓶中备用。100Test 下载频道开通，各类考试题目直接下载。详细请访问 www.100test.com