

定量分析样品的前处理方法：经有机破坏的分析方法 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__E5_AE_9A_E9_87_8F_E5_88_86_E6_c23_18255.htm

含金属有机药物及有机卤素药物结构中的金属原子、卤素与碳原子结合牢固者，用上述方法难以将有机结合的金属原子及卤素转变为无机的金属化合物及卤素化合物，此时必须采用有机破坏的方法将药物分子破坏，使有机结合状态的金属及卤素转变为可测定的无机化合物，方可选用合适的分析方法进行测定。有机破坏方法，一般包括湿法破坏、干法破坏及氧瓶燃烧法三种方法，下面分别讨论。（一）湿法破坏 根据所用试剂的不同，湿法破坏可分为以下几种：1. 硝酸-高氯酸法 本法破坏能力强，反应比较激烈。故进行破坏时，必须严密注意切勿将容器中的内容物蒸干，以免发生爆炸。本法适用于血、尿、组织等生物样品的破坏。经本法破坏后，所得的无机金属离子，一般为高价态。本法对含氮杂环药物的破坏不够完全，此时宜选用干法灼烧进行破坏。2. 硝酸-硫酸法 本法适用于大多数有机物质的破坏，如染料、中间体或药物等。经本法破坏分解所得的无机金属离子均为高价态。因碱土金属可与硫酸形成不溶性的硫酸盐，将会吸附被测定的金属离子，使测定结果偏低。所以本法不适用于含碱土金属有机药物的破坏。此时，可改用硝酸-高氯酸法进行破坏。3. 硫酸-硫酸盐法 本法所用硫酸盐为硫酸钾或硫酸钠，因硫酸钠为含水化合物，不利于有机破坏，故一般多采用硫酸钾。加入硫酸盐的目的，是为了提高硫酸的沸点，以使样品破坏完全。同时，也防止硫酸在加热过程中过早地分解为三氧化硫而损失。经本法

破坏分解所得的金属离子，多为低价态。本法常用于含砷或锑有机药物的破坏分解。因在有机物破坏时须经炭化过程，最后得到低价态的三价砷或锑离子。如用本法破坏低碳化合物时，宜添加适量的淀粉等多碳化合物，以保证在破坏过程中，经炭化，将金属离子都转变为低价态。

4. 其它湿法

除了以上三种试剂组合的方式之外，尚有硝酸-硫酸-高氯酸法、硫酸-过氧化氢法、硫酸-高锰酸钾法等，其根据都是增加氧化剂。硫酸加氧化剂，加热，使有机物破坏分解完全，破坏后，金属在溶液中均以高价态（如砷酸）存在。湿法破坏所用的仪器，一般为硅玻璃或硼玻璃制成的凯氏烧瓶；所用试剂及蒸馏水均不应含有被测金属离子或干扰测定的其他金属离子等组分；由于整个操作过程所用矿酸量数倍于样品，所以必须按相同条件进行空白试验校正；操作时应在通风橱内进行。关于样品的取用量，应视被测含金属有机药物中所含金属元素的量和破坏后所用测定方法而定。一般来说，含金属元素量在10~100 g范围内时，取样量为10g；如果测定方法灵敏度较高，取祥量可相应减少。对于生物样品，一般血样10~15ml或尿样50ml。

（二）干法破坏

本法系将有机物灼烧灰化以达分解的目的。将适量样品置于瓷坩埚或镍坩埚、铂坩埚中，常加无水碳酸钠或轻质氧化镁等以助灰化，混合均匀后，先小火加热，使样品完全炭化，然后放入高温炉中灼烧，使其灰化完全，即可。应用本法时要注意以下几个问题：加热或灼烧时，应控制温度在420℃以下，以防止某些被测金属化合物的挥发。灰化完全与否，直接影响测定结果的准确性。如欲检查灰化是否完全，可将灰分放冷后，加入稍过量的稀盐酸·水（1：3）或硝酸·水（1：3）的

混合液，振摇，注意观察溶液是否呈色或有无有机物不溶成分存在。若呈色或有不溶有机物，可于水浴上将溶液蒸干，并用小火炭化后，再行灼烧。经本法破坏后，所得灰分往往不易溶解，但此时切勿弃去。本法适用于湿法不易破坏完全的有机物（如含氮杂环类有机药物）以及某些不能用硫酸进行破坏的有机药物。不适用于含易挥发性金属（如汞、砷等）有机药物的破坏。（三）氧瓶燃烧法

氧瓶燃烧法（oxygen flask combustion method）系将有机药物放入充满氧气的密闭的燃烧瓶中进行燃烧，并将燃烧所产生的欲测物质吸收于适当的吸收液中，然后根据欲测物质的性质，采用适宜的分析方法进行鉴别、检查或测定含卤素有机药物或含硫、氮、硒等其它元素的有机药物。本法是快速分解有机物的简单方法，它不需要复杂设备，就能使有机化合物中的待测元素定量分解成离子型。该方法被各国药典所收载。

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