

文章编号: 1005—8893 (2002) 03—0028—02

盐酸胍中微量砷的光度测定^{*}

巫森鑫, 许华祥

(江苏石油化工学院 测试中心, 江苏 常州 213016)

摘要: 通过试验认为盐酸胍的存在对红色银胶体吸收曲线、锌用量、反应时间和有色物的稳定性等均无影响, 并建立了二乙基二硫代氨基甲酸银法测定盐酸胍中微量砷含量的方法。测定 4 次生物级盐酸胍中砷的质量分数平均值为 0.12×10^{-6} , 相对标准偏差为 15%。当样品中砷的质量分数为 0.5×10^{-6} 和 1.0×10^{-6} 时, 测定 4 次所得标准偏差分别为 8% 和 5%。

关键词: 盐酸胍; 砷; 分光光度法

中图分类号: O 65

文献标识码: A

以前我国生产的盐酸胍主要为工业级, 对砷含量无要求^[1, 2]。而目前国外需求的医药级和生物级盐酸胍要求砷的含量小于 0.5 或 1×10^{-6} , 因此有必要建立一种适合于我国工厂要求的分析方法。本文选择二乙基二硫代氨基甲酸银法作为研究对象, 考察了在有无盐酸胍存在下红色银胶体吸收曲线、锌用量和反应时间对吸光度的影响以及有色物稳定性和回收率等, 并建立了盐酸胍中微量砷的分析方法, 其原理可见文献 [3, 4]。

1 实验部分

1.1 主要试剂与仪器

盐酸胍 (含量大于 99.0%), 721 分光光度计, 其它试剂和仪器见文献 [3]。

1.2 实验步骤

1.2.1 工作曲线的绘制

吸取一定量 $1.0 \mu\text{g/mL}$ 砷标准溶液于定砷用的锥形瓶中, 在各瓶内加 10 mL 7.5 mol/L 硫酸溶液和一定体积的水, 使溶液体积为 40 mL, 再加 2 mL 15% 碘化钾溶液和 2 mL 40% 氯化亚锡盐酸溶液, 摇匀, 静置 15 min。

吸取 4 mL 0.5% DDTC—A 吡啶溶液于试管中, 在每个锥形瓶中加入 4 g 无砷锌粒, 立即接好装置, 放置 45 min。以试剂空白作参比, 在 525 nm 处用 1 cm 的比色皿进行吸光度的测定。以砷含量为横坐标, 对应的吸光度值为纵坐标绘制工作曲线。

1.2.2 样品分析和回收率实验

以一定量的样品取代砷标准溶液, 其它步骤与工作曲线的绘制部分相同, 从标准曲线上查得相应的砷含量, 计算出样品中的砷含量。

在样品分析步骤中加入一定量的砷标准溶液, 测定吸光度值并计算砷的总量和回收率。

2 结果与讨论

图 1 至图 4 分别绘制了含盐酸胍时的吸收曲线以及吸光度值对反应时间、锌用量和有色液放置时间的关系曲线, 与不加盐酸胍样品时所得的曲线基本一致。从上述条件试验可将反应时间、锌用量和最佳测定波长分别选择在 45 min、4 g 和 525 nm 处, 从图 4 可知比色液在考察的放置时间 0 ~ 420 min 内稳定。

在上述选择的条件下所得的标准曲线如图 5 所示, 可用下列直线方程表示, 相关系数为 0.999。

* 收稿日期: 2002—07—07

作者简介: 巫森鑫 (1964—), 男, 浙江武义人, 副研究员, 硕士, 主要从事仪器分析和化学分析方面的研究。
?1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

$A=0.0508C-0.003$
式中: A 为吸光度值, C 为砷含量 (μg)。

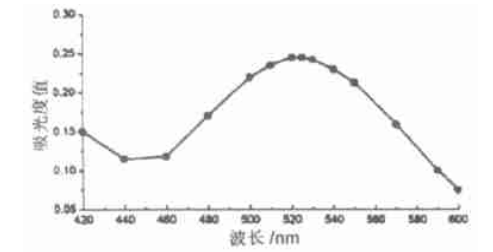


图 1 有色物吸收曲线

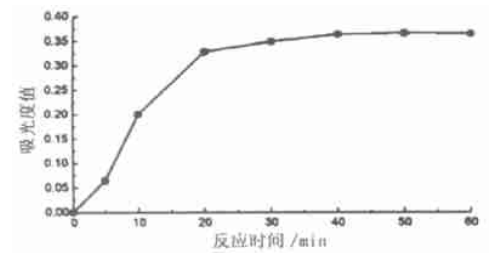


图 2 吸光度值与反应时间关系曲线

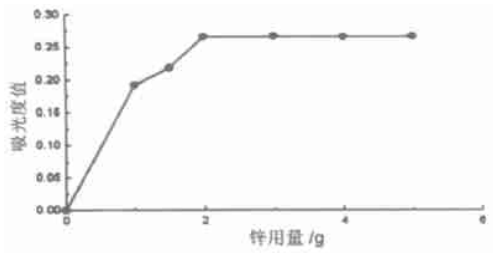


图 3 吸光度值与锌用量关系曲线

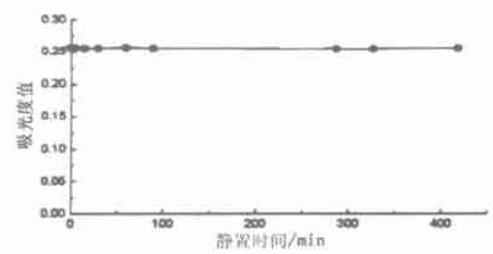


图 4 有色物稳定性曲线

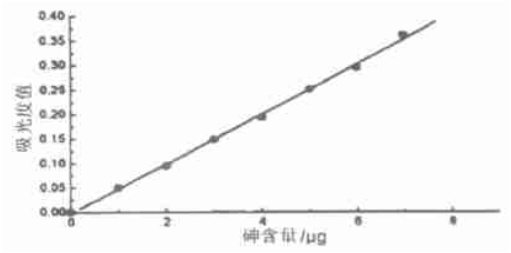


图 5 工作曲线

从表 1 的回收率可知盐酸胍及其样品中少量杂质的存在对砷含量的测定无影响。当取样品量 2.00 g 时, 测定 4 次所得的盐酸胍中砷含量为 0.12×10^{-6} , 标准偏差为 15%, 标准偏差较大是由于盐酸胍中砷含量较小所致。当样品中砷含量为 0.5×10^{-6} 和 1.0×10^{-6} 时, 测定 4 次所得标准偏差分别为 8% 和 5%。从上可知, 此方法适合于医药和生物级盐酸胍中砷含量的测定。

表 1 回收率实验 (n=4)

样号	样品量/ $\text{g}^{1)}$	加标量/ μg	测得总值/ μg	回收率, %
1	1.00	0.50	0.61	98.0
2	1.00	1.00	1.14	102.0
3	1.00	3.00	3.11	99.7
4	1.00	5.00	5.04	98.4

1) 盐酸胍中含砷 $0.12\mu\text{g/g}$ 试样。

参考文献:

[1] 徐克勋. 精细有机化工原料及中间体手册 [M] . 北京: 化学工业出版社, 1999. 1: 493.
[2] 司航, 包文滢, 刘正 等. 化工产品手册: 有机化工原料 [M] . 北京: 化学工业出版社, 1999. 503—504.
[3] 上海市化工轻工供应公司技术室. 化工商品检验方法 [M] . 第一版. 北京: 化学工业出版社, 1990. 15—18. 1 492—1 496.
[4] 中华人民共和国卫生部药典委员会. 中华人民共和国药典 [M] . 广州: 广东科技出版社, 1995. 附录 52—53.

Spectrophotometric Determination of Micro Amount Arsenic in Guanidine Hydrochloride with DDTC—A

WU Miao—xin, XU Hua—xiang

(Analysis Center, Jiangsu Institute of Petrochemical Technology, Changzhou 213016, China)

Abstract: An analytical method, spectrophotometric determination of micro amount Arsenic in guanidine hydrochloride with silver diethyldithiocarbamate, has been established. When arsenic amount in the sample is 0.5×10^{-6} or 1.0×10^{-6} , its relative standard deviation is 8% or 5%. The relation curves between absorbance and wave length or Zn amount, reaction and laid time are not affected by the existence of guanidine hydrochloride.

Key words: Guanidine Hydrochloride; Arsenic; spectrophotometry