

微波消解氯霉素

1 前言

氯霉素，别名左霉素，左旋霉素，氯胺苯醇，氯丝霉素。白色或微带黄绿色的针状、长片状结晶或结晶性粉末，味苦。在甲醇、乙醇、丙酮或丙二醇中易溶，在水中微溶。主要用于伤寒、副伤寒和其他沙门菌、脆弱拟杆菌感染。为了检测其中的金属元素含量，我们采用微波消解的方法将其溶解。同时微波消解还有，酸雾污染小，回收率高，样品空白低等优点，有利于后续检测设备对样品中的金属元素快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MDS-15 微波消解仪，分析天平(十万分之一)等。

2.2 试剂

硝酸(68%)，过氧化氢(30%)

3 实验方法

3.1 样品制备

将样品尽量碾碎成粉末状。

3.2 微波消解样品

取适量样品，加入硝酸，静止 3min-15min，观察反应状况，如无明显反应，组装消解罐，进行微波消解。



3.3 消解条件的探究

硝酸是重金属消解最常用的酸，也是很多消解实验的基础酸。硝酸具有很强的酸性和氧化性，且绝大多数硝酸盐易溶于水，为后续测试带来方便，我们首先选用硝酸进行实验。

3.3.1 消解用酸

硝酸消解样品常用温度为 180℃，这个温度下硝酸具有极强的氧化性，可以溶解大部分样品，当温度升至 200 度时，该样品仍存在白色结晶。



采用硝酸与过氧化氢的混合体系来消解样品，仍然存在白色结晶。

3.3.2 消解温度

称取氯霉素粉末 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐中，加入 8mL 硝酸，静置一段时间后，组装消解罐按照如下参数进行实验：

表一

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	5	300
3	210	60	300

实验结束，待消解罐冷却后取出，样品完全溶解，赶酸后，加入少量纯水，底部存在少量白色沉淀。



称取氯霉素粉末 0.1g (精确至 0.1mg)，置于消解罐中，加入 8mL 硝酸，静置一段时间后，组装消解罐按照下列参数进行实验：

表二

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	5	300
3	220	60	300

实验结束，待消解罐冷却后取出，样品完全溶解，赶酸后加入少量的水，溶液澄清透明。

3.3 取样量

实验温度较高，会产生较高的压力，通过实验，样品的取样量控制在 0.2g 以下。

4 结果与讨论

氯霉素样品使用硝酸进行实验，可以消解彻底。为保证安全，建议取样量为 0.1g，不超过 0.2g。取样量为 0.1g 时，消解温度 220°C，保温 60min，才可将样品消解完全。