

间接原子吸收光谱法测定维生素 B₁ 的含量

殷海龙 郑养珍 张勇^①

(山西大学化学化工学院 太原市坞城路 92 号 030006)

摘要 本文建立了原子吸收光谱法间接测定维生素 B₁ 含量的方法。文中探讨了反应的最佳条件, 建立的方法相对标准偏差为 1.24%, 线性范围为 75—400 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 并对实际样品进行了测定, 测定结果和药典法一致。

关键词 原子吸收光谱法, 间接测定, 维生素 B₁。

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2007)03-0516-03

1 引言

维生素 B₁ 又叫硫胺素, 作为一种药物, 可以维持正常糖代谢及神经消化系统功能。目前我国药典规定维生素 B₁ 片剂采用紫外分光光度法测定^[1]。另外常见的测量方法有硅钨酸重量法、硫色素荧光法^[2]。本文基于维生素 B₁ 在碱性及加热条件下水解, 产生硫离子, 产生的硫离子和醋酸铅反应生成硫化铅沉淀, 然后分离沉淀, 用硝酸溶解沉淀, 用原子吸收光谱法测定沉淀中铅的含量, 间接得出维生素 B₁ 的含量。

2 实验部分

2.1 仪器和试剂

AA-6650 型原子吸收分光光度计(日本岛津公司)。

维生素 B₁ (生化试剂) 标准溶液: 配制 1mg/mL 的标准储备液; Pb²⁺ 标准溶液: 用 Pb(AC)₂ · 3H₂O (分析纯) 配制成的浓度为 1mg/mL; 实验用水均为超纯水。

2.2 分析方法

依次移取一定量的维生素 B₁ 溶液和 NaOH 溶液于离心管中, 摇匀, 在 90°C 的水浴中加热 30min 后, 冷却至室温, 加入 1mg/mL 的 Pb²⁺ 溶液 1mL, 离心分离弃去上清液, 用 2mL 超纯水洗涤沉淀 3 次, 用硝酸 (1+ 1) 2mL 溶解沉淀, 溶解液用超纯水定容到 50mL, 测定其吸光度。

3 结果与讨论

3.1 NaOH 用量的影响

按实验方法在离心管中移入 1mL 300 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的维生素 B₁、不同浓度的 NaOH (0.2、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mol/L) 进行考察, 由结果知: 在 NaOH 为 3.0 mol/L 时, 所得吸光度最大, 实验选

^① 联系人: 电话: (0351) 7018512; 手机: (0) 13503515758; E-mail: zhangyong@sxu.edu.cn

作者简介: 张勇(1963—), 男, 太原人, 教授, 主要从事原子光谱研究。

收稿日期: 2007-04-11; 接受日期: 2007-04-24

取 NaOH 浓度为 3.0 mol/L。

3.2 温度和时间的影响

温度高可促使维生素 B₁ 的水解, 取在 90℃ 水浴中不同加热时间(10、20、30、40、50、60、80 min) 进行考察, 由结果知: 当加热时间为 30—40 min 时, 吸光度最大; 本实验选取加热时间为 30 min。

3.3 沉淀剂用量的影响

按照实验方法加入 1.0 mL 300 μg/mL 维生素 B₁ 溶液的同时, 变化 Pb²⁺ 标准溶液的浓度进行考察, 由结果知: 当 Pb²⁺ 溶液浓度为 0.5 μg/mL 时, 可完全沉淀样品溶液, 考虑到沉淀洗涤的困难, 本实验选取氧化剂 Pb²⁺ 溶液的浓度为 1 mg/mL。

3.4 共存物质的影响

考察了蔗糖、葡萄糖、果糖、淀粉、柠檬酸、苹果酸、苯甲酸这些分析样品时常见的共存物质, 当它们的浓度为维生素 B₁ 的 50 倍时, 对测定的结果无干扰。

3.5 重现性实验

移取 1.0 mL 200 μg/mL 维生素 B₁ 溶液按实验方法重复测量 8 次, RSD 为 1.24%。

3.6 校准曲线的绘制

依次移取不同浓度的维生素 B₁ 溶液 1 mL, 按实验方法进行测定, 绘制 A-C_{VB₁} 校准曲线, 结果见图 1。本法中维生素 B₁ 的线性范围为 75—400 μg/mL。本法是以维生素 B₁ 为标准的校准曲线, 在校准曲线上可直接查出维生素 B₁ 的含量。线性方程为: $A = 0.00023C + 0.0006$ ($r = 0.9988$)。

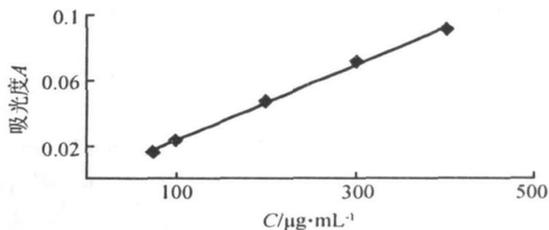


图 1 以维生素 B₁ 为标准的校准曲线

4 样品及回收率的测定

取 10 片维生素 B₁ 在研钵中磨细后称取适量(约相当于维生素 B₁ 25 mg) 溶解、过滤, 滤液用超纯水稀释到 100 mL, 按实验方法测定, 计算其含量。同时做回收率实验, 并与药典方法比较, 结果见表 1。

表 1 样品及回收率测定结果 (n=5)

本法 (mg)	加入量 (mg)	测得量 (mg)	样品回收率 (%)	药典法 (mg)
23.18	5	5.21	104.2	25.70

参考文献

- [1] 国家药典委员会编. 中华人民共和国药典[M]. 第二部. 北京: 化学工业出版社, 2000. 786.
[2] 安登魁. 药物分析[M]. 济南: 济南出版社, 1992. 1342—1343.

Indirect Determination of VB₁ with Flame Atomic Absorption Spectrometry

YIN Hai-Long ZHENG Yang-Zhen ZHANG Yong

(School of Chemistry and Chemical Engineering, Shanxi University, Taiyuan 030006, P. R. China)

is proposed. In the experiment, the optimal experimental conditions for hydrolysis and precipitation have been carefully studied. This linear range of standard curve is 75—400 $\mu\text{g}/\text{mL}$ with a relative standard deviation of 1.24%. When the method has been applied to determine Vitamin B₁ in pharmaceutical preparations, the results agreed well with those provided by the method in pharmacopoeia.

Key words Atomic Absorption Spectrometry, Indirect Determination, Vitamin B₁.

本期论文发表周期一览表

(出版日期: 2007年5月25日)

论文作者	论文接受日期	论文发表周期	论文作者	论文接受日期	论文发表周期
黄淑萍等	2006-11-13	6个月又12天	许招会等	2007-02-16	3个月又9天
韩峭峰等	2007-01-09	4个月又16天	马小宁等等	2007-02-15	3个月又10天
王云等	2007-01-12	4个月又13天	王素燕等等	2007-03-07	2个月又18天
高焕君等	2006-12-04	5个月又21天	黄爱萍等	2007-03-19	2个月又6天
王莉萍等	2006-12-05	5个月又20天	吴文俊	2007-03-02	2个月又23天
侯列奇等	2006-12-19	5个月又6天	张桂芹等等	2007-02-02	3个月又23天
彭少伟	2006-12-21	5个月又4天	苏玉芹等等	2007-02-07	3个月又18天
侯列奇等等	2006-12-19	5个月又6天	刘冷等等	2007-03-02	2个月又23天
刘天平等等	2007-01-10	4个月又15天	李茵萍等等	2007-01-26	3个月又29天
熊晓燕等等	2007-01-17	4个月又8天	沈铭高等	2007-02-03	3个月又22天
黄熠等等	2007-01-17	4个月又8天	周智勇等等	2007-02-02	3个月又23天
张为等等	2007-01-19	4个月又6天	李光科等等	2007-01-29	3个月又26天
张志鹏	2007-02-02	3个月又23天	达古拉等	2007-04-17	1个月又8天
孙志青等等	2007-01-26	3个月又29天	何建国	2007-03-09	2个月又16天
徐清等等	2007-02-26	2个月又29天	靳东月	2007-03-12	2个月又11天
王振平等	2007-02-15	3个月又10天	古健等等	2007-03-19	2个月又6天
邢文等等	2007-02-26	2个月又29天	马晓冬等等	2007-03-28	1个月又27天
赵春芳等等	2007-02-07	3个月又18天	杨翠等等	2007-04-04	1个月又21天
马茜	2007-02-05	3个月又20天	屈明华等等	2007-04-09	1个月又16天
杜娟	2007-03-05	2个月又20天	林旭聪等等	2007-01-29	3个月又26天
徐廷等等	2007-02-12	3个月又13天	盛晓伟等等	2007-03-20	2个月又5天
卫建琮等等	2007-02-09	3个月又16天	毛红艳等等	2007-03-12	2个月又13天
方皓文等等	2007-02-15	3个月又10天	刘志明等等	2007-04-04	1个月又21天
焦立为等等	2007-01-29	3个月又26天	李燕等等	2007-03-27	1个月又28天
马木提·库尔班等	2007-02-07	3个月又18天	阮征等等	2007-04-09	1个月又16天
费浩等等	2007-02-15	3个月又10天	何立坚	2007-03-05	2个月又20天
刘婷琳等等	2007-02-16	3个月又9天	王红霞	2006-12-28	4个月又27天
刘浩等等	2007-02-11	3个月又14天	王莉坤	2007-03-22	2个月又3天
邹欣平等	2007-02-07	3个月又18天	李梅等等	2007-05-10	15天
赵小峰等等	2007-02-08	3个月又17天	杨海涛等等	2007-03-21	2个月又4天
张卉等等	2007-01-26	3个月又29天	殷海龙等	2007-04-24	1个月又1天
原环保等	2007-02-15	3个月又10天			

Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory, 24(3), March, 2007

CONTENTS

Synthesis of (<i>E</i>)-3-[<i>N</i> -(α -Phenethylamine)]-2- <i>N</i> -1-Acetophenone and Their Analysis	HUANG Shu-Ping et. al(0284)
Synthesis, Characterization and Crystal Structure of Dinuclear Complex [Cu ₂ (pida) ₂ (2, 2'-bipy) ₂]	HAN Qiao-Feng et. al(0288)
Study on the Fluorescence System of Aluminium-Lomofloxacin Hydrochloride and Its Application	WANG Yun et. al(0291)
Synthesis of New Water-Soluble Porphyrin Quaternary Ammonium Salts and Study on their Color Reaction with Zinc	GAO Huan-Jun et. al(0295)
Spectrophotometric Determination of Squaric Acid	WANG Li-Ping et. al(0298)
Determination of Twenty-Two Trace Elements in Super Purity Silver by ICP-AES	HOU Lie-Qi et. al(0302)
Decoloration Photometric Determination of Trace Nitrite by Fading of Methyl Red	PENG Shao-Wei(0305)
Determination of Trace Impurity Elements in Zirconium Alloy by ICP-AES	HOU Lie-Qi et. al(0309)
Determination of Mercury in Potassium Dihydrogen Phosphate by Cold Atomic Absorption Spectrometry	LIU Tian-Ping et. al(0312)
Determination of Al, As, Bi, Cu, Pb, Ni, Sn, Te, Mg, Fe, Sb and B in Purity Selenium by ICP-AES	XIONG Xia-Yan et. al(0315)
Determination of Copper in Yuxingcao, Xiyangshen and Fuling by Flame Atomic Absorption Spectrometry	HUANG Yi et. al(0318)