

# 微波消解盐类物质

## 1 前言

化学上的盐类是酸和碱中和后的产物，常见的盐类分为正盐、碱式盐和酸式盐。它们有的是维持人体正常生理机能不可缺少的物质，有的是人体的重要组成成分，有的还有调节人体活动的作用。通过微波消解方法对盐类物质进行前处理，有利于后续原子吸收对样品中微量元素含量的快速准确测定。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



### 2.2 试剂

硝酸(68%)、硫酸(98%)

## 3 实验方法

### 3.1 消解实验

3.1.1 称取实验样品 0.05g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，静置 15min

左右，组装好消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表一

阶段	温度/°C	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	210	400	15	20
2	210	400	0.5	20
3	210	400	0.5	20

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，取出消解罐，赶酸定容后，消解液为白色絮状物，消解不完全。

3.1.2 称取实验样品 0.05g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸，2mL 硫酸静置 15min 左右，组装好消解罐，按照表一的参数进行实验，仍消解不完全。

3.1.3 称取实验样品 0.05g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 4mL 硝酸，4mL 硫酸，升温至 230°C 保温 1h，样品完全溶解。

3.1.4 增大取样量至 0.1g (精确至 0.1mg)，加入 4mL 硝酸，4mL 硫酸，按表二参数进行消解实验

表二

阶段	温度/°C	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	230	400	15	20
2	230	400	0.5	20
3	230	400	0.5	5

最高实验压力在 2Mpa 以内，实验结束后待冷却至 60°C 以下，压力为零时，取出罐架转移至通风橱中，打开消解罐，放置在赶酸器上 160°C 赶酸至小于 1mL，转移定容到 50mL 容量瓶中，样品可完全消解。

## 4.结果

本次实验中所用的盐类样品取样 0.05g 加入硝酸和硫酸在 230℃ 保温 1h 可将其消解完全，但由于取样量偏少使得消解溶液里的待测物含量低，容易造成检测结果的偏差，而且消解时间过长。于是增加取样量至 0.1g 加入相同体积的酸在相同的温度下将消解时间缩短至 45min 后进行消解实验，实验结束后发现样品仍可消解完全。

## 注意事项

1. 由于盐类种类多种多样，具体物质的消解参数应适量调整。