

微波消解吡唑

1 前言

吡唑又名 1,2-二氮唑、二氮二烯五环、邻二氮杂茂，是白色针状或棱形结晶，从乙醇中结晶的吡唑是无色针状晶体。有似吡啶的臭味和刺激性苦味，能溶于水、醇、醚和苯。易发生氯化、溴化、碘化、烷基化、酰化反应。分子式为 $C_3H_4N_2$ ，吡唑吞入有毒，对眼睛、皮肤、呼吸道有刺激作用。吡唑拥有多种生理作用，包括止痛、抗发炎、退烧、抗糖尿病和抗菌等。吡唑可作为某些医药、农药的中间体，在医药、农药的研究开发中占有十分重要的地位。为了检测吡唑中的多种无机元素含量，我们选择微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，该方法还有回收率高、空白低等特点，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 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%)，纯水

3 实验方法

3.1 样品图片 (来源网络)



3.2 消解方案探究

称取吡唑样品约 0.5g (精确至 0.1mg)，加入 8mL 硝酸，静置 10min 左右，待无明显反应后，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

表一

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	40	400

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，样品可完全消解至澄清透明状态。

重新称取吡唑样品约 0.3g (精确至 0.1mg)，加入 2mL 硝酸和 8mL 纯水，静置 10min 左右，待无明显反应后，组装消解罐，按照表一的参数进行微波消解，实验结束后，样品也可完全溶解。

3.3 取样量

当采用浓硝酸进行实验时，最大取样量可至 0.5g；而采用 20%稀硝酸进行实验时，取样量应控制在 0.3g 以内。

4 结果

实验选择的吡唑样品，取样量为 0.5g 时，采用浓硝酸进行实验；取样量不高于 0.3g 时，也可采用 20%稀硝酸进行实验，最高实验温度均为 200℃，保温 40min 左右，样品可完全消解。