

# 微波消解木质素磺酸钠

## 1 前言

木质素是一类含有酚结构单元且性质稳定的天然高分子化合物，是自然界中含量仅次于纤维素与甲壳素的天然高分子聚合物，其最广泛的用途之一就是通过磺化改性转化为木质素磺酸盐，可用作混凝土减水剂、耐火材料、陶瓷等。采用微波消解的方法，将在常规条件下难消解的木质素在短时间内充分解离成单体，提高了分析工作效率和分析结果的准确性，同时该方法具有样品溶解完全、速度快，试剂消耗少，空白低，元素损失小、回收完全等优点，有利于对木质素磺酸钠的分析。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

新仪 JUPITER 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%)，过氧化氢(30%)

### 3 实验方法

#### 3.1 样品结构



棕褐色粉末

#### 3.2 酸体系探究

木质素主要成分为有机分子，使用具有强氧化性的硝酸和增强氧化性的过氧化氢进行消解。

#### 3.3 实验过程

使用硝酸、过氧化氢作为实验的消解试剂，称取木质素磺酸钠样品 0.1g (精确至 0.1mg) 于消解罐中，加入 8mL 硝酸、1mL 过氧化氢，静置 5min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

| 阶段 | 温度/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1  | 150   | 10     | 600  |
| 2  | 180   | 05     | 600  |
| 3  | 210   | 45     | 600  |

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，将罐架转移至通风橱，缓慢打开罐盖，150°C 赶酸至剩余液体约 1mL，加水定容至容量瓶，消解液澄清透明，样品可完全消解。

#### 3.4 取样量

在上述试验条件下，木质素磺酸钠样品取样量为 0.1g 时的实验最高压力为 2.0MPa 左右，

建议实验取样量控制在 0.1g 左右。

#### 4 结果

使用硝酸、过氧化氢对木质素磺酸钠样品进行消解实验,最高实验温度 210℃,保温 40min,取样量为 0.1g 时实验最高压力为 2.0MPa,木质素磺酸钠样品可完全消解。