

微波消解磷酸酯

1 前言

磷酸酯是磷酸的酯衍生物，用作含磷农药、难燃液压油、润滑油等。利用特殊的催化酯化方法，能够制备长链磷酸酯，广泛应用于金属加工业领域，在高载荷引起边界润滑条件下减少摩擦和磨损。水性和油性磷酸酯常用于铝轧制液，钢板轧制液，拉削液，冲压油，超精研，磨削液，冷轧液等产品中。对于磷酸酯中磷含量的检测可以判断产品的优劣，采用微波消解法对磷酸酯进行前处理，该方法具有快速、简便、节省试剂、消解完全等特点，测定结果的精密度和准确度良好，有利于对磷元素的分析检测。

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%)，氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 样品状态



无色黏稠液体

3.2 酸体系探究

磷酸酯主要成分是有机物，同时含有少量无机杂质，选择具有强酸性、氧化性的硝酸和氢氟酸进行消解。

3.3 实验过程

使用硝酸、氢氟酸作为实验的消解试剂，称取磷酸酯样品 0.1g（精确至 0.1mg）于消解罐，加入 8mL 硝酸和 2mL 氢氟酸，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	200	35	600

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，将消解罐转移至通风橱中，缓慢打开罐盖静置 5min，150°C 赶酸至剩余液体小于 1mL，加水转移定容至容量瓶，消解液澄清透明，磷酸酯样品可完全消解。

4 结果

使用硝酸、氢氟酸对磷酸酯样品进行消解实验，取样量为 0.1g，最高实验温度 210℃，保温 40min，实验最高压力达到 1.5MPa，样品可完全消解。