

微波消解滑石粉

1 前言

滑石粉是一种工业产品，主要成分为含水硅酸镁，常用于塑料类填料、化妆品制品、橡胶防黏剂等方面。化妆级滑石粉具有珍珠或脂肪光泽可使化妆产品具有白色度高、可溶性好、光泽度强等特点，其含有大量的硅元素，由于硅元素具有散光、阻隔红外线的作用，因此增强了化妆品的防晒和抗红外线的功能。滑石粉在使用过程中与皮肤直接接触，因此对于其中重金属元素的分析尤为重要。我们采用微波消解法对滑石粉样品进行前处理，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，有利于对滑石粉中元素的分析检测。

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%)，饱和硼酸溶液

3 实验方法

3.1 样品状态



白色粉末

3.2 酸体系探究

滑石粉主要成分是含水硅酸镁，选择对硅元素溶解能力强的氢氟酸和具有强酸性、氧化性的硝酸进行消解，消解完成会产生氟化物沉淀，使用饱和硼酸溶液二次消解，可将沉淀去除。

3.3 实验过程

使用硝酸、氢氟酸、饱和硼酸溶液作为实验的消解试剂，称取滑石粉样品 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 |

消解完成，补加 10mL 饱和硼酸溶液，继续按照上述参数进行实验。

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，滑石粉样品可完

全消解。

3.4 取样量

在上述试验条件下，滑石粉样品取样量为 0.1g 时的实验最高压力达到 2.2MPa，建议实验取样量控制在 0.1g 左右。

4 结果

使用硝酸、氢氟酸、饱和硼酸溶液对滑石粉样品进行消解实验，取样量为 0.1g，最高实验温度 200℃，保温 30min，实验最高压力达到 2.2MPa，样品可完全消解。