

微波消解红绳

1 前言

传说中的月老都是用一根红线牵男女姻缘的线，所以不言而喻女子单独带红绳是为了祈求姻缘的到来。如今人们佩戴红绳更多也有很多的寓意，比如招桃花运、定情信物、转运、招财护身、祈愿、求平安本命年辟邪等。像红绳这样长时间贴身佩戴的饰品，为了检测其中是否含有对人体有害的物质，采用微波消解对其进行前处理，有利于后续的检测分析。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 JUPITER 微波消解仪，TK-12 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 样品图片 (来源网络)



3.2 微波消解

红绳样品主要是高分子成分，需选择具有氧化性的强酸来进行氧化。硝酸具有很强的酸性与氧化性，而且硝酸盐大部分是可溶性的，方便后续检测，因此选择硝酸作为本次实验的首选用酸。

精确称取样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表一

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	35	400

实验结束，待冷却至 60℃以下后取出，转移到通风橱中打开消解罐，溶液中含有大量沉淀。

重新称取样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，静置 15min 左右，组装消解罐，适当升高温度与延长保温时间，按照如下设置参数进行消解实验：

表二

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	45	400

最高实验压力接近 3MPa，实验结束，待冷却至 60℃以下后取出，赶酸定容后消解液中仍含有少量白色沉淀。

重新称取样品 0.1g (精确至 0.1mg) , 置于消解罐底部, 加入 8mL 硝酸放置在赶酸器上 120℃预处理 30min, 取下冷却后补加 2mL 氢氟酸, 组装消解罐, 按照表二的参数进行实验, 红绳样品可完全溶解。

3.3 取样量

样品中的有机物分解会释放二氧化碳, 产生较高的压力, 实验发现在此参数下进行消解实验, 最大取样量不得超过 0.1g, 且需要添加预处理步骤。

4 结果

实验选择的红绳样品, 取样量在 0.1g, 采用硝酸+氢氟酸作为试剂, 预处理后进行微波消解, 210℃保温 40min 左右, 可完全消解。