

微波消解白垩

1 前言

白垩，又称白土粉、白土子、白埴土、白善、白埴。白垩是一种微细的碳酸钙的沉积物，是方解石的变种。白垩主要是由单细胞浮游生物的遗骸(颗石)构成，其中含有海绵骨针、浮游性有孔虫壳、菊石、箭石、海胆和贝类化石等海生动物的壳，一般主要是指分布在西欧的白垩纪的地层，而白垩纪一名即由此而来。作为矿物的白垩一般用来制造粉笔等产品。我们选择一种白垩样品来进行微波消解实验，寻找可将其完全溶解的实验方法。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 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%)，氟硼酸(40%)，盐酸(38%)，饱和硼酸溶液

3 实验方法

3.1 微波消解参数探究

精确称取白垩样品 0.1g (精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸

和 2mL 氢氟酸，静置 20min 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	210	45	400

实验结束，赶酸稀释后溶液中含有大量白色沉淀。

重新称取样品 0.1g(精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 1mL 硝酸、3mL 盐酸和 6mL 氟硼酸，静置 20min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

表二

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	60	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，赶酸稀释后溶液中沉淀减少，增加氟硼酸的用量再次进行实验，沉淀仍无法完全去除。

重新称取样品 0.1g(精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 3mL 氟硼酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照表一设置参数进行实验。实验结束冷却后将消解罐转移至通风橱中打开，每个罐中补加 10mL 饱和硼酸溶液，重新组装消解罐，按照如下参数进行二次消解：

表三

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	45	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，赶酸稀释后溶液澄清透明。

4 结果

实验选取的白垩样品，在取样量为 0.1g，采用王水+氢氟酸的混酸体系进行消解，冷却后添加饱和硼酸溶液进行二次消解，可将样品完全溶解。

注意事项

1. 王水挥发性和腐蚀性较强，加酸步骤必须在通风橱中进行，且实验人员要做好防护。
2. 本次实验选择的样品中含有大量的碳酸钙同时还含有一定量的硅酸盐，添加氢氟酸去除硅酸盐后会形成氟化钙沉淀，再通过添加饱和硼酸溶液溶解氟化物，需要进行两次微波消解。