

微波消解间硝基苯甲酰氯

1 前言

间硝基苯甲酰氯由间硝基苯甲酸与光气反应制得，为黄色针状结晶，有刺激性气味。间硝基苯甲酰氯是多种医药原料的中间体，也可生产染料用于皮革纸张，还能用于食品添加剂（奶粉调节剂）以及作为彩色显影剂等，其应用领域与人们的日常生活息息相关，对于硝基苯甲酰氯中的有害元素的检测是十分重要的。微波消解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，采用此方法能够实现对间硝基苯甲酰氯的快速、完全消解，有利于后续的元素分析。

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

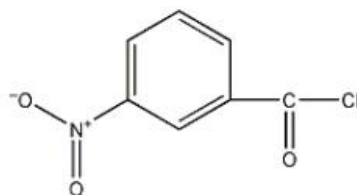


2.2 试剂

硝酸(68%)

3 实验方法

3.1 样品结构



分子结构

3.2 酸体系探究

间硝基苯甲酰氯为有机小分子，使用具有强氧化性的硝酸进行消解。

3.3 实验过程

使用硝酸作为实验的消解试剂，称取间硝基苯甲酰氯样品 0.1g（精确至 0.1mg）于消解罐中，加入 8mL 硝酸，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/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	600
2	180	05	600
4	200	35	600

实验结束后，待冷却至 60℃ 以下，将罐架转移至通风橱，缓慢打开罐盖，150℃ 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，间硝基苯甲酰氯样品取样量为 0.1g 时的实验最高压力为 1.4MPa 左右，建议实验取样量控制在 0.15g 以内。

4 结果

使用硝酸对间硝基苯甲酰氯样品进行消解实验，最高实验温度 200℃，保温 30min，取样量为 0.1g 时实验最高压力为 1.4MPa，间硝基苯甲酰氯样品可完全消解。