

微波消解海螺蛸

1 前言

海螺蛸为乌鲗科动物曼氏无针乌贼或金乌贼的内贝壳。收集从乌贼鱼中剥下的骨骼，或于 4-8 月间捞取漂浮在海边的乌贼鱼内甲壳，用水漂洗干净，晒干。呈长椭圆形而扁平，边缘薄，中间厚，大小不一，腹面白色有水波状纹，背面瓷白色而略带暗红色，有不明显的细小疣状突起，背脊明显隆起，表面有一层硬脆皮膜，角质呈半透明状，略见光泽，质松脆，易折断，断面有明显的微向背面弯曲的平行层纹，除背部硬膜外，其它部分可擦下细粉。气微腥、味微咸。以身干体大，色白，微咸，完整者佳。选择一种海螺蛸，采用微波消解对其进行前处理，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 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



海螺蛸

称取海螺蛸样品约 0.5g (精确至 0.1mg) , 加入 8mL 硝酸 , 静置过夜后 , 补加 2mL 硝酸 , 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	400
2	180	30	400

实验结束后 , 待冷却至 60°C 以下 , 取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开 , 放置在赶酸器上 150°C 赶酸至 0.5mL 左右 , 转移至烧杯中加水稀释 , 消解液澄清透明 , 样品可完全溶解。

4 结果

实验选择的海螺蛸样品 , 取样量为 0.5g , 加入硝酸静置过夜后 , 再补加一定量的酸 , 上机消解 , 最高实验温度 180°C , 保温 30min 左右 , 即可完全溶解。

注意事项

海螺蛸样品加入硝酸后会剧烈反应 , 如果要进行预消解 , 需要静置一段时间 , 待反应结束后再放置在赶酸器上加热。