微波消解玻璃和石英

仪器设备

珀金埃尔默 Titan MPS

75 mL 标准消解罐

试剂

HNO_3 (70%)	4.0 mL
HF (49%)	4.0 mL
H_3BO_3	1.0 g

步骤

在消解罐中称取 500 mg 样品，加入 4.0 mL HNO_3，4.0 mL HF。小心摇动混合物，或者是用一个干净的 PTFE 或玻璃棒搅拌混匀。在消解罐盖盖前至少等待 10 分钟，然后按照以下程序在微波消解系统中加热。

升温程序

步骤	目标温度 [℃]	最大压力 [bar]	升温时间 [min]	保持时间 [min]	功率 [%]*
1	200	35	5	30	90
2	50	35	1	10	0
3	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	-
5	-	-	-	-	-

注：等到消解罐温度降至室温后（大约 20min）再进行操作，以避免起泡和飞溅。穿戴好手、眼、身体保护装置，在通风橱中小心打开消解罐因为在消解过程中会产生大量的气体。

建议使用饱和 H_3BO_3 络合过量的 HF，避免在分析过程中损坏玻璃器皿 (请参考 “HF 的络合” 应用内容)。除了加入 H_3BO_3，也可以加入 HBF_4 避免生成结晶 CaF_2。在这种情况下，向混酸中加入 4.0 mL HBF_2，然后开始启动升温程序。

结果

澄清溶液。

小结

使用珀金埃尔默 Titan MPS 在酸性溶液中可以消解玻璃和石英。

注：该应用程序仅供参考，在实际消解中应根据具体样品对程序进行优化。
* 该应用程序设计为消解 16 个样品。当消解样品数低于 16 个时，每减少一个样品，程序每一步的功率降低 10%，但无论实际的样品消解数量是多少，功率都不得低于 40%。

笔记