

## 微波消解纱线

### 1 前言

纱线是一种纺织品，用各种纺织纤维加工成一定细度的产品，用于织布、制绳、制线、针织和刺绣等，分为短纤维纱，连续长丝等。毛纱及毛线一般用于纺织羊毛衫、毛裤、毛背心、围巾、帽子及手套和编织各种春秋季节服饰用品，除保暖外还有装饰作用。纱线制品广泛应用于日常生活各方面。为了对其成分进行分析，采用微波消解的方法进行前处理，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续对痕量元素的准确快速测定。

### 2 仪器与试剂

#### 2.1 仪器

新仪 TANK 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%)，过氧化氢(30%)，氢氟酸(40%)

### 3 实验方法

#### 3.1 样品制备

将样品剪碎，样品越细小消解难度越低。



剪碎前

剪碎后

#### 3.2 微波消解样品

##### 3.2.1 消解用酸

硝酸是重金属消解最常用的酸，也是很多消解实验的基础酸。硝酸具有很强的酸性和氧化性，且绝大多数硝酸盐易溶于水，为后续测试带来方便，我们首先选用硝酸进行实验。实验发现只使用硝酸，消解液中存在白色沉淀，需加入氢氟酸。

##### 3.2.2 消解温度

硝酸消解样品常用温度为  $180^{\circ}\text{C}$ ，这个温度下硝酸具有极强的氧化性，可以溶解大部分样品，但纱线样品结构相对稳定， $200^{\circ}\text{C}$ 下进行消解实验，仍未消解完全，需进一步提高温度。

称取剪碎的纱线样品  $0.1\text{g}$ （精确至  $0.1\text{mg}$ ），加入  $6\text{mL}$  硝酸、 $1\text{mL}$  过氧化氢和  $2\text{mL}$  氢氟酸。静置  $15\text{min}$  左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验

阶段	温度/ $^{\circ}\text{C}$	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	210	400	15	20

##### 3.2.3 取样量

高分子样品在分解时会生成大量二氧化碳，压力较高，取样量应控制在 0.15g 以内。

#### 4 结果与讨论

纱线样品取样量在 0.15g 以内，选用硝酸+氢氟酸的体系进行微波消解（加入 1mL 过氧化氢效果更佳），210℃下保温 20min，赶酸定容过滤后即可上机检测。

#### 注意事项

1. 消解实验结束后需要进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿的腐蚀。
2. 纱线种类较多，分子结构比较复杂，应根据样品的实际情况，选择最佳的消解方案。