

微波消解白蜂蜡

1 前言

白蜂蜡系由蜂蜡（蜜蜂分泌物的蜡）氧化漂白精制而得。因蜜蜂的种类不同，由中华蜜蜂分泌的蜂蜡俗称中蜂蜡，由西方蜂种分泌的蜂蜡俗称西蜂蜡。白蜂蜡为白色或淡黄色固体，无光泽，无结晶，无味且不粘牙，气特异。在水和无水乙醇中几乎不溶；在乙醚中微溶；在三氯甲烷中易溶。重金属检测要求，取样量为 1g 时，依法检查（附录 VIII H 第二法），含重金属不得过百万分之二十。为了对其中的重金属元素含量进行分析，我们采用微波消解作为前处理方法，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续对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，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%)

3 实验方法

3.1 样品图片 (来源网络)



3.2 消解实验

称取白蜂蜡样品 0.1g(精确至 0.1mg)置于消解罐底部,加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢,静置 15min, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解实验:

阶段	温度/°C	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	200	450	15	20
2	200	450	0.5	10

实验结束, 待冷却至 60°C以下, 压力为零时, 取出消解罐转移至通风橱中打开, 放置在赶酸器上, 赶酸至近干, 转移至烧杯中, 加水稀释后溶液澄清透明。

3.3 取样量探究

重新称取白蜂蜡样品 0.2g (精确至 0.1mg) 加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢, 按照 3.2 的实验参数进行消解实验, 最高实验压力超过 3MPa, 实验终止。

重新称取白蜂蜡样品 0.2g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 8mL 硝酸, 放置在赶酸器上 120°C预处理 30min 左右, 待黄烟冒尽取下冷却, 补加 1mL 过氧化氢, 静置 10min 左右按照 3.2 的实验参数进行消解实验, 最高压力 2.3MPa, 实验结束, 赶酸稀释后消解液澄清透明。

4 结果

白蜂蜡样品可完全消解，采用硝酸+过氧化氢的酸体系进行实验，最高温度 200℃保温 30min 左右，白蜂蜡样品在取样量为 0.2g 时，最大压力超过 3MPa，建议减少取样量或者增加预处理步骤。

注意事项

1. 样品压力较高，为了保证实验安全，应降低取样量或进行预处理
2. 白蜂蜡分为中蜂蜡、西蜂蜡等，组成成分会略有差别，应根据实际情况适当调整实验参数。