







微波消解虫白蜡

1前言

虫白蜡,中药名,为介壳虫科昆虫白蜡虫的雄虫群栖于木犀科植物白蜡树、女贞、或女贞属他种植物枝干上分泌的蜡,经精制而成。常作为赋形剂,制丸、片的润滑剂。通常 8-9 月间为采蜡期,清晨用利刀将包有蜡质的树枝切下,放入沸水锅中煮之,虫体下沉,蜡质溶化而浮于水面,冷后凝结成块。取出后再加水加热熔化,过滤后凝固即成。呈块状,白色或类白色。表面平滑,或稍有皱纹,具光泽。体轻,质硬而稍脆,搓捻则粉碎。断面呈条状或颗粒状。在我国主要产于湖南、四川、贵州、云南等地。我们选择一种虫白蜡样品进行微波消解,寻找合适的实验参数,有利于后续对重金属元素的快速准确测定

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MDS-15 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 消解温度的选择

称取实验样品 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 左右,组装消解罐,按照如下设置参数进行消解实验:

表一

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	30	300

实验结束,待冷却至60℃以下,压力为零,取出罐架转移至通风橱中,打开消解罐,转 移定容后,样品未完全溶解。

重新称取样品 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 左右,组装消解罐,按照如下设置参数进行消解实验:

表二

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	5	300
3	200	30	300







实验结束,待冷却至60℃以下,压力为零,取出罐架转移至通风橱中,打开消解罐,转 移定容后,消解液澄清透明。

3.3 取样量的选择

重新称取虫白蜡样品 0.2g(精确至 0.1mg)置于消解罐底部,8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢,按照表二的参数进行实验,最大压力 2.0MPa,样品仍可完全溶解。样品的最大取样量在 0.3g 左右,继续增大取样量,需要添加预处理步骤。

4 结果

虫白蜡样品可完全消解,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,实验选择的虫白蜡样品最大取样量在 0.3g 左右。