

微波消解 4, 4'-二氨基联苯

1 前言

4,4'-二氨基联苯俗称“联苯胺”，是联苯的衍生物之一，为 IARC 第一类致癌物，有强烈的致癌作用，是染料合成的中间体，在染色的棉纺织品中容易超标，健康和环境危害显著，因其可以与人体皮肤直接接触，所以其所含有的重金属含量也不容忽视。本文通过微波消解方法对 4,4'-二氨基联苯进行前处理，有利于后期快速准确测定其中的重金属含量。

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%)、硫酸 (98%)、过氧化氢 (30%)

3 实验方法

3.1 消解实验

3.1.1 样品消解

称取 4,4'-二氨基联苯样品约 0.1g (精确至 0.1mg) 于消解罐中 , 加入 2mL 硫酸于 120℃ 碳化 30min 后取下冷却 , 后加入 6mL 硝酸 , 静置 10min 后组装消解罐 , 用 MDS-15 微波消解仪进行消解实验参数如下 :

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	60	400

实验过程中最大实验压力为 2.1Mpa。实验结束后 , 待仪器降温至 60℃ 以下 , 将样品转移至通风橱 , 缓慢打开罐盖放置 5min 后 , 观察消解罐中样品消解液澄清无沉淀 , 将其放置赶酸器上赶酸至剩余 2mL 左右取下冷却加水后消解液澄清透明无沉淀 , 样品被完全消解。

3.1.2 方法优化

再次称取上述样品约 0.1g(精确至 0.1mg) 于消解罐中 , 加入 8mL 硝酸和 2mL 过氧化氢 , 静置 20min 待消解罐中反应平静后组装消解罐 , 用 MDS-15 微波消解仪按照 3.1.1 中实验参数进行消解实验。

实验过程中最大实验压力为 2.3Mpa。实验结束后 , 待仪器降温至 60℃ 以下 , 将样品转移至通风橱 , 缓慢打开罐盖放置 5min 后 , 观察消解罐中样品消解液澄清无沉淀 , 将其放置赶酸器上赶酸至剩余 1mL 左右取下冷却加水后消解液澄清透明无沉淀 , 样品被完全消解。

4 结果与讨论

4,4'-二氨基联苯样品取样量 0.1g 加入硝酸过氧化氢或者硝酸硫酸在相同的温度条件下均

能将其完全消解，但因不同的样品所含元素种类和含量不同，因此本文的消解方案仅供参考，若后期需检测样品中的 Pb 含量，应使用硝酸过氧化氢的消解方案，避免加入的硫酸对其造成干扰。