

制备碳、氧同位素样品的磷酸—— 加热300°C脱水法

目前我国测定碱土金属碳酸盐中碳、氧同位素制样,多采用在真空条件下,用100%浓度的磷酸与碱土金属的碳酸盐反应,制备出供质谱仪分析的CO₂气体。

由于市售磷酸浓度为85%,必须通过脱水才能达到要求。以往的磷酸脱水法是加入五氧化二磷,由于该法产生放热反应,在反应过程中受热不均,易使容器破裂;且制得的磷酸必须经42°C预热后才能使用,给工作带来许多不便。为此我们采用在畅通氮气的情况下,直接加热至300°C脱水,方法简便

易行。具体操作如下:

取300毫升分析纯磷酸($d=1.83$)置于500毫升园底烧瓶中,将园底烧瓶放在300W有可调变压器带槽(套)的电炉内,打开烧瓶上的活塞A、B,接上氮气(流速为120个/分气泡),开始低温加热,逐渐调动变压器从150V调到180V如图,当磷酸温度升至100°C左右时,在导管出口处接上一个洗气瓶或带水烧杯,排出的水蒸气即溶解在洗气瓶中(中途要倒一次水),当温度升至300°C左右时,保持一小时,停止加热,关闭电炉,脱

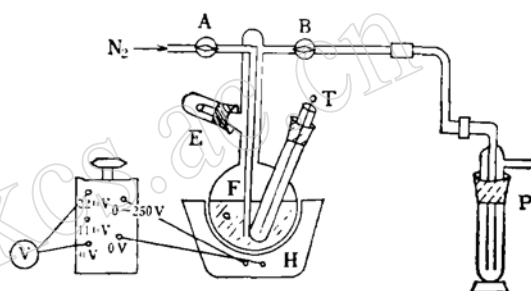
下洗气瓶，再关闭氮气和园底烧瓶上的活塞A、B，等磷酸冷却后，转移至带活塞三角瓶中，放在干燥器内，备用。

脱过水的磷酸，已转变呈水玻璃状，用此磷酸制备样品时可直接使用，此磷酸比重为1.874。由于有温度计的控制，所制磷酸浓度是稳定的。

高温脱水时一定要在氮气畅通下进行，以免产生焦磷酸和偏磷酸。可用蛋白质检验，焦磷酸遇蛋白质不凝固，偏磷酸则呈块状凝结物。

通过验证本法制备的磷酸与标准报导值

是非常吻合的。



示意图

F: 500ml 圆底烧瓶; P: 洗气瓶; T: 温度计
(360℃); E: 磷酸出口处; H: 带套加热电炉

吴静淑 罗续荣 地质科学院矿床地质研究所