

微波消解铬矿

1 前言

在冶金工业上，铬铁矿主要用来生产铬铁合金和金属铬。在耐火材料上，铬铁矿用来制造铬砖、铬镁砖和其他特殊耐火材料。铬铁矿在化学工业上主要用来生产重铬酸钠，进而制取其他铬化合物，用于颜料、纺织、电镀、制革等工业，还可制作催化剂和触媒剂等。铬铁矿是中国的短缺矿种，储量少，产量低，每年消费量的80%以上依靠进口。为了检测铬矿中铬、铁的含量，我们采用微波消解的方法将其溶解。微波消解还有，酸雾污染小，回收率高，样品空白低等优点，有利于后续检测设备对样品中的金属元素快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MDS-15 微波消解仪，分析天平(十万分之一)等。

2.2 试剂

硫酸(98%)，磷酸(85%)，氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 样品制备

将铬矿样品尽量粉碎，颗粒越小越有利于消解。

3.2 微波消解样品

3.2.1 消解用酸

通过查阅文献，铬矿通常选用硫磷混酸进行消解，再添加少量氟硼酸去除硅酸盐。

3.2.2 消解时间

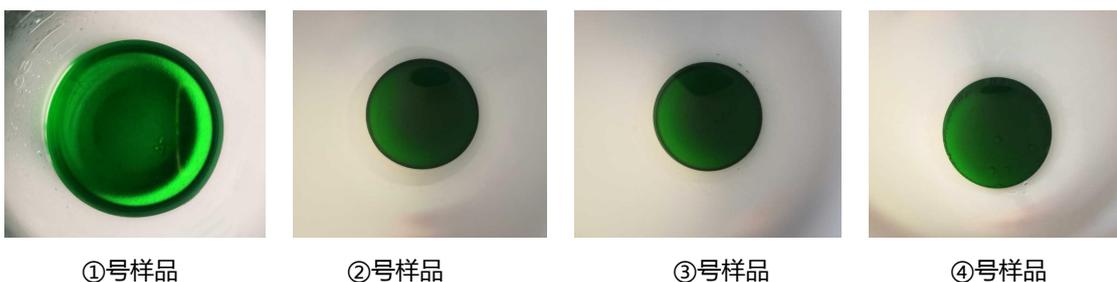
精确称取①号铬矿样品 0.2g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 7mL 硫酸、5mL 磷酸和 2mL 的氟硼酸。静置 5min 左右，待无明显反应后，组装消解罐，按照如下设置参数，进行消解实验：

表一

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	5	300
3	200	5	300
4	240	60	300

消解实验结束，待冷却至室温后可取出消解罐，样品可完全消解。

不同的铬矿因组分不同，消解时间存在差异，我们又选择其他种类的铬矿进行实验。在取样量为 0.2g 最高温度为 240°C 的情况下，②号样品和③号样品需要 90min 可消解完全，而④号样品需要 180min 才可消解完全。



3.2.3 取样量

称取 119-1543057 号样品 0.5g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 7mL 硫酸、5mL 磷酸和 2mL 的氟硼酸。静置 5min 左右，待无明显反应后，组装消解罐，按照表一的参数进行实验，需要 240°C 保温 120min 样品才可完全消解。



60min

120min

4 结果与讨论

采用硫酸+磷酸+氟硼酸的方法对样品进行消解，最高温度 240℃，不同的铬矿因组分不同，消解时间存在差异。同一种样品随着取样量的增加，消解时间也随之延长。

注意事项

- 1) 硫酸与水混合会放出大量的热，实验中注意做好防护。
- 2) 氟硼酸会对玻璃器皿造成腐蚀，通过赶酸将氢氟酸除尽。