

微波消解硅粉

1 前言

硅粉又叫硅灰，是工业电炉在高温熔炼工业硅及硅铁的过程中，随废气逸出来的烟尘经特殊的捕集装置收集处理而成。硅粉是一种高效的活性掺合料，能够显著提高混凝土的强度、抗渗性，抗冻性和耐久性。如今硅粉混凝土的特性日渐得到人们的重视，硅粉混凝土被广泛应用到水利水电工程、建筑工程、公路工程和桥梁工程等。通过微波消解方法对硅粉进行前处理，有利于后续对样品中痕量元素含量的快速准确测定。

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%)、氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 消解实验

称取样品约 0.2g(精确至 0.1mg)于消解罐中,加入 3mL 硝酸和 7mL 氢氟酸,静置 10min 待消解罐内反应平静后,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/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1 | 150 | 10 | 300 |
| 2 | 180 | 5 | 300 |
| 3 | 210 | 40 | 300 |

实验中最高压力 2Mpa,实验结束后,待冷却至 60°C以下,取出消解罐,于 160°C赶酸约 1.5h 后,消解液中有白色漂浮物存在,放置几分钟后漂浮物聚集在杯子底部,因后期待测元素含量低不能降低当前取样量,所以在相同取样量的条件下需延长重新消解。

称取样品约 0.2g(精确至 0.1mg)于消解罐中,加入 3mL 硝酸和 7mL 氢氟酸,静置 10min 待消解罐内反应平静后,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/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1 | 150 | 10 | 300 |
| 2 | 180 | 5 | 300 |
| 3 | 210 | 50 | 300 |

实验中最高压力 1.8Mpa,实验结束后,待冷却至 60°C以下,取出消解罐,于 160°C赶酸约 1.5h 后定容,消解液澄清透明,样品被完全消解。

4 结果与讨论

硅粉样品取样量 0.2g 使用氢氟酸-硝酸体系在 210°C消解 40min 时 样品未能被完全消解,将时间延长至 50min 后消解液澄清透明无沉淀。