

微波消解钴基高温合金

1 前言

钴基高温合金是含钴量 40~65%的奥氏体高温合金。在 730~1000℃条件下具有一定的高温强度、良好的抗热腐蚀和抗氧化能力。它是以钴做为主要成分，除此之外还含有钼、镍、硅，锰等成分，根据合金中成分不同，它们可以制成焊丝，粉末用于硬面堆焊，热喷涂、喷焊等工艺，也可以制成铸锻件和粉末冶金件。通过微波消解方法对钴基高温合金进行前处理，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 TANK 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%)、盐酸(37%)、氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 消解实验

称取实验样品 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 10mL 盐酸和 1mL 硝酸，组装好消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/°C	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	200	400	18	30

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，消解液中有明显黑色残渣存在，查阅文献得出黑色残渣可能为消解过程中析出的钨。

取实验样品 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 10mL 盐酸、1mL 硝酸和两滴氢氟酸 (因样品中含有硅且后期需要检测硅含量，氢氟酸需少量加入)，组装好消解罐，按照上述表格实验参数进行消解。

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，消解液澄清透明，样品被完全消解。

4 结果与讨论

钴基高温合金样品当取样量 0.1g 使用盐酸-硝酸体系消解过程中样品会析出金属钨，在消解前适当加入氢氟酸可消除钨的存在，同时不会对后期硅的检测造成影响，最终达到消解液澄清透明的目的。

注意事项

加酸时应小心慢加，且需要在通风橱中操作。