

微波消解氧化锆

1 前言

氧化锆，自然界的氧化锆矿物原料，主要有斜锆石和锆英石。锆英石系火成岩深层矿物，颜色有淡黄、棕黄、黄绿等，具有强烈的金属光泽，主要用于压电陶瓷制品，日用陶瓷，耐火材料及贵重金属熔炼用的锆砖、锆管、坩埚等。也用于生产钢及有色金属、光学玻璃和二氧化锆纤维，可作为高效的高温隔热材料，不溶于水，能溶于热浓硫酸、氢氟酸。我们选择一种氧化锆样品，采用微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

盐酸(37%)，氢氟酸(40%)，硫酸(98%)，氟硼酸(40%)

3 实验方法

3.1 样品图片 (来源网络)



3.2 消解方案探究

称取氧化锆样品约 0.1g (精确至 0.1mg), 加入 5mL 浓硫酸和 5mL 氢氟酸, 静置 10min 左右, 待无明显反应后, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行实验:

表一

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	30	400

实验结束后, 待冷却至 60°C 以下, 取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开, 样品未被完全溶解。

重新称取样品约 0.1g (精确至 0.1mg), 加入 6mL 硫酸, 缓慢加入 6mL 盐酸, 静置 10min 左右再补加 4mL 氢氟酸, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行实验:

表二

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	220	40	400

实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，溶液中沉淀明显减少，但仍含有少量白色沉淀。

重新称取样品约 0.1g(精确至 0.1mg)，加入 6mL 硫酸，缓慢加入 6mL 盐酸，静置 10min 左右再补加 6mL 氟硼酸，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

表三

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	220	45	400

实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，赶酸稀释后，消解液澄清透明，样品可完全溶解。

4 结果

实验选取的氧化锆样品取样量为 0.1g，采用硫酸+盐酸+氟硼酸的混酸体系进行实验，最高实验温度 220℃，保温 40min 左右，样品可完全消解。

5 注意

1. 硫酸沸点较高，无法通过赶酸去除。
2. 添加氢氟酸进行实验后，需进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿造成腐蚀，也可能对实验结果造成影响。
3. 盐酸与硫酸混合时，会产生大量热量，同时挥发出大量氯化氢气体，实验中应缓慢添加试剂，同时实验人员应做好防护。