

## 微波消解轮硅砂

### 1 前言

硅砂,又名二氧化硅或石英砂。是以石英为主要矿物成分、粒径在 0.020mm-3.350mm 的耐火颗粒物。硅砂是一种坚硬、耐磨、化学性能稳定的硅酸盐矿物,其主要矿物成分是  $\text{SiO}_2$ , 颜色呈乳白色、淡黄、褐色及灰色,硅砂具有较高的耐火性能,是重要的工业矿物原料。广泛用于玻璃、铸造、陶瓷及耐火材料、冶金、建筑、化工、塑料、橡胶、磨料等工业。我们选择一种硅砂样品,通过微波消解进行前处理,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

硝酸(68%), 氢氟酸(40%), 盐酸(37%)

### 3 实验方法

#### 3.1 样品图片 (来源网络)



#### 3.2 消解方案探究

称取硅砂样品约 0.1g (精确至 0.1mg)，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 3mL 氢氟酸，静置 15min 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	60	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，样品可完全消解至澄清透明状态。

#### 3.3 取样量

通过实验发现，当取样量为 0.1g 时，最高实验压力接近 3MPa，为保证实验安全性，本次选择的硅砂样品取样量不得超过 0.1g。

### 4 结果

实验选择的硅砂样品，取样量为 0.1g，采用王水+氢氟酸的混酸体系进行实验，最高实验温度 210°C，保温 1h 左右，样品可完全消解。

## 5 注意

1. 王水挥发性强，应现配现用，同时实验人员要做好防护。
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，可能会对实验结果造成影响。