

## 微波消解氧化铈

### 1 前言

氧化铈为淡黄或黄褐色助粉末，不溶于水和碱，微溶于酸。在 2000℃温度和 15Mpa 压力下，可用氢还原氧化铈得到三氧化二铈，温度游离在 2000℃间，压力游离在 5Mpa 压力时，氧化铈呈微黄略带红色，还有粉红色，可用作玻璃工业添加剂，作板玻璃研磨材料，还可用在化妆品中起到抗紫外线作用。目前已扩大到眼镜玻璃、光学透镜、显像管的研磨，起脱色、澄清、玻璃的紫外线和电子线的吸收等作用。我们采用微波消解作为氧化铈样品的前处理方法，选择一种可将其完全溶解的方案，有利于后续对多种金属元素含量的快速准确测定。

### 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%)，硫酸(98%)，过氧化氢(30%)

### 3 实验方法

#### 3.1 样品图片 (来源网络)



#### 3.2 消解方案探究

称取氧化铈样品约 0.1g (精确至 0.1mg)，加入 2mL 硫酸、6mL 硝酸和 2mL 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：

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°C 以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，消解液中含有大量沉淀。

重新称取氧化铈样品约 0.1g (精确至 0.1mg)，加入 2mL 硫酸、4mL 硝酸和 4mL 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：

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，消解液中仍含

有大量沉淀。

精确称取样品 0.05 (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 10mL 盐酸, 缓慢加入 2mL 过氧化氢, 静置 30min 左右, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行消解实验:

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	65	400

实验结束后, 待冷却至 60°C 以下, 将消解罐转移至通风橱中缓慢打开, 赶酸稀释后溶液澄清。

## 4 结果

实验选择的氧化铈淡黄色粉末, 取样量 0.05g, 采用盐酸+过氧化氢的混酸体系进行实验, 最高实验温度 210°C, 保温 1h 左右, 样品可完全溶解, 消解液澄清透明。

## 5 注意

1. 盐酸与过氧化氢混合后会释放出大量氯化氢气体, 实验人员应做好防护。
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, 也可能对实验结果造成影响。