

微波消解碳化锆

1 前言

碳化锆是暗灰色有金属光泽的立方晶体，是一种重要的高熔点、高强度和耐腐蚀的高温结构材料，可用作电极、耐火坩埚和阴极电子发射材料，用于多元合金以提高机械强度，也是生产金属锆、四氯化锆的原料，因此对碳化锆中元素含量的测定是非常有必要的。微波消解法具有样品溶解完全、速度快，试剂消耗少，空白低，元素损失小、回收完全等优点，采用此方法能够实现对碳化锆的快速、完全消解，有利于后续的元素分析。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 JUPITER 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%)，氟硼酸(40%)，高氯酸(70%)，浓硫酸(98%)

3 实验方法

3.1 样品状态



灰黑色粉末

3.2 酸体系探究

碳化锆不溶盐酸，可溶于硝酸或热浓硫酸，选用强氧化性、强酸性的硝酸、浓硫酸、高氯酸以及氟硼酸进行消解。

3.3 实验过程

使用硝酸、浓硫酸、高氯酸和氟硼酸作为实验的消解试剂，称取碳化锆样品 0.01g (精确至 0.01mg) 于消解罐中，加入 2mL 硫酸、5mL 硝酸、1mL 高氯酸和 5mL 氟硼酸，静置 5min 左右，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	600
2	180	05	600
3	210	65	600

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，将罐架转移至通风橱中，缓慢打开罐盖，160°C 赶酸至剩余液体约 2mL，加水定容至容量瓶，消解液澄清透明，样品可完全消解。

3.4 取样量

在上述试验条件下，碳化锆样品取样量为 0.01g 时的实验最高压力达到 2.4MPa 左右，建

议实验取样量控制在 0.01g。

4 结果

使用硝酸、硫酸、高氯酸和氟硼酸对碳化锆样品进行消解实验，最高实验温度 210℃，保温 60min，取样量为 0.01g 时实验最高压力为 2.4MPa，碳化锆可完全消解。