

## 微波消解钨粉

### 一、前言

钨粉是粉末状的金属钨，是制备钨加工材、钨合金和钨制品的原料。钨粉以氧化钨为原料，在四管马弗炉或多管炉内用氢气还原，粒度从0.6-30微米。主要分粗、中、细几个粒度，银灰色粉末，杂质含量以国家标准为依据。钨粉是加工粉末冶金钨制品和钨合金的主要原料。纯钨粉可制成丝、棒、管、板等加工材和一定形状制品。钨粉与其他金属粉末混合，可以制成各种钨合金，如钨钼合金、钨铌合金、钨铜合金和高密度钨合金等。钨粉的另一个重要应用是制成碳化钨粉，进而制备硬质合金工具，如车刀、铣刀、钻头 and 模具等。为检测钨粉中的杂质元素含量，选择微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，该方法还有回收率高、空白低等特点，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

### 二、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%)

### 三、实验方法

#### 3.1、消解

精确称取钨粉样品约0.2g(精确至0.1mg)置于消解罐底部，加入5mL硝酸和5mL氢氟酸，静置15min

左右，待无明显反应，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	200	40	400

### 3.2、赶酸稀释

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，放置在赶酸器上 150°C 赶酸至 2mL 左右，取下冷却后，转移至塑料杯中加水稀释，消解液澄清透明，样品可完全溶解。

## 四、结果与讨论

实验选择的钨粉样品，取样量为 0.2g，采用硝酸+氢氟酸的混酸体系进行消解实验，最高实验温度 200°C，保温 40min 左右，即可完全溶解。

## 五、注意事项

- 1、实验发现，当消解液中酸浓度过低时，会有沉淀析出，因此本次实验后续不能彻底赶酸。
- 2、溶液中硝酸与氢氟酸的含量较高，实验人员在处理时应做好防护，同时防止溶液接触玻璃器皿，以免造成腐蚀。