

微波消解铍灰

1 前言

铍是一种银白色、坚硬的金属，具有高反射率。铍金属通常不会形成氧化物，熔融的铍会吸收氧气，但在凝固的过程中释放。钪、铍、钪、钪、铌、钼 6 个元素在地壳中的含量都非常少。这 6 个元素在化学上称作铂族元素，加上银和金，统称为贵金属。除了铂在地壳中的含量为亿分之五、钪在地壳中的含量为亿分之一外，钪、铍、钪、铌 4 个元素在地壳中的含量都只有十亿分之一。又由于它们多分散于各种矿石之中，很少形成大的聚集，所以价格昂贵。为了提取铍灰中的铍元素，我们采用微波消解的方法对铍灰样品进行前处理，ICP-MS 进行后续的检测，通过铍元素的回收情况，选择最佳的消解参数。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MDS-15 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。

2.2 试剂

盐酸（38%），过氧化氢（40%）

3 实验方法

3.1 样品制备

铍灰样品消解前要尽量粉碎，保证金属铍充分暴露出来，从而更好的与酸接触。

3.2 微波消解金属铍

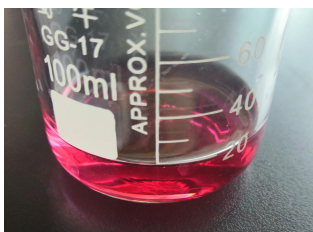
通过查阅资料可知铈不溶于多数酸，它完全不溶于硝酸，稍溶于王水。我们采用盐酸+过氧化氢的酸体系来消解金属铈

精确称取金属铈 0.05g（精确至 0.1mg），加入 10mL 盐酸和 2mL 过氧化氢，静置 30min 后组装消解罐，组装消解罐进行实验，参数如下：

表一

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	220	90	400
4	220	90	400
5	220	60	400

实验结束，待冷却至室温后取出消解罐，转移至通风橱中打开，消解液为澄清透明的淡红色。



3.3 微波消解铈灰

通过 3.2 的实验证明，盐酸+过氧化氢体系可将铈元素溶解，我们采用不同的参数条件来消解铈灰样品，选择一种回收率高，且条件较温和的方案。

3.3.1

称取铈灰样品约 0.10426g 置于消解罐底部 加入 10mL 盐酸和 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：

表二

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	5	300
3	220	65	300
4	220	60	300

实验结束后，待冷却至 60℃以下，压力为零时，取出罐架，转移至通风橱中。打开消解罐，静置一段时间至酸雾散尽后转移并定容至 50mL 容量瓶中。

3.3.2

称取铈灰样品约 0.10630g 置于消解罐底部 加入 12mL 盐酸和 2mL 过氧化氢 静置 30min 左右，组装消解罐，按照表二的参数进行消解实验，消解液转移并定容至 50mL 容量瓶中。

3.3.3

称取铈灰样品约 0.10656g 置于消解罐底部 加入 12mL 盐酸和 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：

表三

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	5	300
3	230	65	300
4	230	60	300

实验结束后，待冷却至 60℃以下，压力为零时，取出罐架，转移至通风橱中。打开消解罐，静置一段时间至酸雾散尽后转移并定容至 50mL 容量瓶中。

3.3.4

称取铈灰样品约 0.10662g 置于消解罐底部 加入 12mL 盐酸和 2mL 过氧化氢 静置 30min

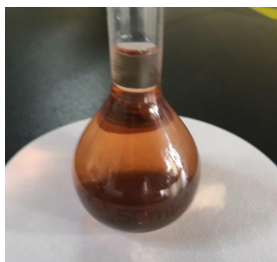
左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表四

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	5	300
3	230	65	300
4	230	30	300

实验结束后，待冷却至 60℃以下，压力为零时，取出罐架，转移至通风橱中。打开消解罐，静置一段时间至酸雾散尽后转移并定容至 50mL 容量瓶中。

经多种方法进行实验，样品均无法完全溶解，过滤后用 ICP-MS 检测铈元素的含量。



4 结果与讨论

检测项目	实验方法	最高温度 (℃)	保温时间 (h)	检测浓度 (mg/L)	含量 (%)
铈 (Rh)	3.3.1	220	2	173.57	8.32
	3.3.2	220	2	175.55	8.26
	3.3.3	230	2	202.54	9.50
	3.3.4	230	1.5	201.73	9.46

铈灰样品无法完全消解，通过微波消解的方法将其中的铈元素溶解至溶液中，以便后续回收利用，检测前需进行过滤处理。采用四种方法对样品进行消解实验，可以看出当实验温度为 230℃时，铈元素溶解效果要比 220℃好，而且保温时间缩短半小时后，两种方法的结果

也比较接近。对于该铈灰样品的最终方案为，取样 0.1g，加入 12mL 盐酸和 2mL 过氧化氢，最高温 230℃保温 1.5h。

注意事项

1.实验过加入盐酸与过氧化氢后会剧烈反应，放出大量刺激性气体，实验应在通风橱中进行，需要静置 30 分钟以上。

2.不同来源的铈灰样品中所含的铈元素不同，应根据时间情况适当调整反应时间。