

微波消解氢氧化锆

1 前言

氢氧化锆是一种不溶于水，碱性稍强的两性氢氧化物。无毒无味，不溶或稍微溶于水，不溶于醇、碱和铵盐溶液。在 500℃ 时分解成二氧化锆和水。由于具有两性，能与酸碱反应。熔融时与强碱生成晶状正锆酸盐。由锆盐水溶液与烧碱(或氨水)水溶液作用，首先得到的氢氧化锆称为 α 型锆酸，能溶于稀酸中。在加热条件下沉淀下来的称为 β -型锆酸，难溶于水和酸。选择一种氢氧化锆样品采用微波消解的方法对其进行前处理，选择稀硫酸作为溶剂，探究实验温度、硫酸浓度、取样量等参数，微波消解速度快污染小，有利于后续对痕量元素的准确快速测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

硫酸(98%)，纯水（一级）

3 实验方法

3.1 样品图片（来源网络）



3.2 消解温度的选择

称取实验样品 0.5g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 30mL，50%的硫酸溶液，静置 5~10min，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表一

阶段	温度/℃	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	180	400	12	20

实验结束，待冷却至 60℃以下，压力为零，取出罐架转移至通风橱中，打开消解罐，转移定容后，氢氧化锆样品可完全溶解。

重新称取样品 0.5g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 30mL，50%的硫酸溶液，静置 5~10min，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/℃	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	170	400	11	20

实验结束冷却后，取出消解罐，将消解液转移至容量瓶中，再用纯水清洗消解罐 2~3 次，一并转移至容量瓶中，纯水定容后，样品也可完全溶解。

3.3 酸浓度的选择

重新称取氢氧化锆样品 0.5g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 30mL, 30%的硫酸溶液, 按照表二的参数进行实验, 样品仍可完全溶解。多次实验发现硫酸浓度在 20%时, 即可将氢氧化锆样品完全溶解。

3.4 取样量

因实验选用的稀硫酸作为消解试剂且最高实验温度为 170℃, 且样品反应不会释放大量气体, 实验压力低于 1MPa, 可将氢氧化锆的取样量提高至 2g 左右。

4 结果

实验选取的氢氧化锆样品, 当取样量在 2g 以内, 硫酸溶液浓度大于 20%时, 微波消解的最高温度 170℃, 20min 左右即可完全消解。

注意事项

1. 硫酸在用水稀释时会释放大量热量, 需将硫酸缓慢加入水中, 防止飞溅, 同时做好防护工作。
2. 实验样品会造成皮肤刺激, 造成严重眼刺激, 还会引起呼吸道刺激, 应保证室内通风同时做好个人防护工作。