

微波消解铈锆

1 前言

铈锆氧化物固溶体由于具有优良的储氧、释放氧的功能而在汽车尾气三效催化剂中得到广泛应用。制备铈锆氧化物固溶体的方法主要有共沉淀法、反相微乳法和溶胶-凝胶法，还有一些其他制备方法。不同方法各有优缺点,对所得固溶体的纯度、比表面积、晶粒度、氧化还原能力都有影响。我们选择一种铈锆样品，采用微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

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

盐酸(37%)，硫酸(98%)，氟硼酸(40%)

3 实验方法

精确称取铈锆样品约 0.05g（精确至 0.1mg），加入 6mL 硫酸，缓慢加入 6mL 盐酸，静置 10min 左右再补加 6mL 氟硼酸，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

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

实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，转移至烧杯中加水稀释，消解液澄清透明，样品可完全溶解。

4 结果

实验选取的铈锆样品取样量为 0.05g，采用硫酸+盐酸+氟硼酸的混酸体系进行实验，最高实验温度 220℃，保温 1h 左右，样品可完全消解。

5 注意

1. 硫酸沸点较高，无法通过赶酸去除。
2. 盐酸与硫酸混合时，会产生大量热量，同时挥发出大量氯化氢气体，实验中应缓慢添加试剂，同时实验人员应做好防护。