









微波消解碘化铑

1前言

碘化铑即三碘化铑,是一种化学物质,分子式为 RhI3。黑色晶体粉末,吸潮,空气中易分解。密闭充氮储藏,置于阴凉干燥处,注意防潮。为检测碘化铑中的多种金属元素含量。 我们选择一种碘化铑样品,采用微波消解的方法进行前处理,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

硝酸(68%), 盐酸(37%), 氢氟酸(40%)

3 实验方法

称取碘化铑样品 50mg (精确至 0.1mg),加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2mL 氢氟酸,静置 30min 左右,待无明显反应后,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	210	60	400
4	210	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,赶酸稀释后, 样品可完全消解至澄清透明状态。

4 结果

实验选取的碘化铑样品,取样为 50mg,采用王水+氢氟酸的混酸体系作为试剂进行微波消解,最高实验温度 210℃,保温 2h,样品可完全消解。

5 注意

- 1. 添加氢氟酸后续必须进行赶酸处理,防止对玻璃器皿造成腐蚀,也会对实验结果造成影响。
 - 2. 王水挥发性较强,配制试剂应在通风橱中进行,同时实验人员需做好防护。