

微波消解钼粉

一、前言

钼粉外观呈深灰色，颜色均匀一致，无肉眼可见机械杂质。钼粉通常是以仲钼酸铵或经煅烧成的 MoO_3 为原料，用氢气还原制得，是粉末冶金法制备钼深加工产品的原料。钼粉分轻质钼粉 (PCC) 和钼粉 (GCC) 两种。钼粉的特性是可以人工调控色泽、粒径、表面特性、分散度、流变性、触变性以及晶型等，而且钼粉化学纯度高，化学惰性强，热稳定性好，在 400 摄氏度以下不会分解。另外，钼粉还具有吸油率低、硬度低、磨损值小、无毒、无臭、无味，分散性好等优点。为检测钼粉中的金属元素含量，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

上海新仪 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

精确称取钼粉样品约 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/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	45	400

3.2、赶酸稀释

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，放置在赶酸器上 160℃ 赶酸至氢氟酸除尽，取下冷却后，转移至烧杯中加水稀释，消解液澄清透明，样品可完全溶解。

四、结果与讨论

实验选择的钼粉样品，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 210℃，保温 45min 左右，即可完全溶解。

五、注意事项

添加氢氟酸实验后需要进行赶酸处理，防止对玻璃器皿造成腐蚀和影响检测结果。