

微波消解铌铪

一、前言

铌铪具有熔点高、耐腐蚀、易机械加工等性能，主要用于板、管、带、棒、丝等材料的加工，广泛应用于医疗、半导体、航空航天工业、核工业和高温阻件等方面。为检测铌铪中的无机元素含量，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

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

精确称取铌铪样品约 0.1g (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/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	40	400

3.2、赶酸稀释

实验结束后，待冷却至 60°C 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 150°C 赶酸至 2mL 左右，取下冷却后，转移至塑料杯中加水稀释，消解液澄清透明，样品可完全溶解。

四、结果与讨论

实验选择的铌铪样品，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°C，保温 40min 左右，即可完全溶解。

五、注意事项

1、实验发现，当消解液中酸浓度过低时，会有沉淀析出，因此本次实验后续不能彻底赶酸。

2、溶液中硝酸与氢氟酸的含量较高，实验人员在处理时应做好防护，同时防止溶液接触玻璃器皿，以免造成腐蚀。