

微波消解氧化铌

1 前言

将铌料或粗五氧化二铌经硝酸和氢氟酸混合液溶解生成氟铌酸,用强酸和甲基异丁酮有机相混合液萃取铌,再经反萃后,用氨水和氟铌酸反应生成氢氧化铌沉淀,再经洗涤、烘干及灼烧,可得精制五氧化铌。可用作拉铌酸镍单晶,制特种光学玻璃、高频和低频电容器及压电陶瓷元件,也用于生产铌铁和特殊钢需要的各种铌合金,是制取铌及其化合物的原料,还用作催化剂、耐火材料。我们选取一种氧化铌样品,采用微波消解作为前处理方法,有利于后续对多种重金属含量的快速准确测定。

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%), 氢氟酸(40%)

3 实验方法

称取氧化铌样品约 0.1g (精确至 0.1mg)，加入 5mL 硝酸和 5mL 氢氟酸，静置 10min 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/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	35	400

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，样品可完全消解，消解液澄清透明。

4 结果

实验选择的氧化铌样品，采用硝酸+氢氟酸的混酸体系进行消解实验，最高实验温度 200°C，保温 30min 左右，即可完全溶解。

5 注意

添加氢氟酸进行实验后，需进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿造成腐蚀，也可能会对实验结果造成影响。