

微波消解铌铁

一、前言

铌是一种可塑性金属，灰色，具有体心立方结构，其密度为:8.57g/cm。铌与铁形成化合物 Fe_3Nb_2 ，它溶于大量的铁中。铌铁的融化温度接近 1600 度(1570-1650 度)。铌铁生产工艺流程，通常采用铝热还原法生产，主要用于合金钢冶炼、合金元素添加剂和不锈钢电焊条涂料等。为检测铌铁中的多种重金属元素含量，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

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%)

三、实验方法

3.1、消解

精确称取铌铁样品约 0.05g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 15min 左右，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

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 0.5mL 左右，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

实验选择的铌铁样品，取样量为 0.05g，采用王水+氢氟酸的混酸体系进行消解实验，最高实验温度 210℃，保温 1h 左右，即可完全溶解。

五、注意事项

- 1、王水具有较强的挥发性和腐蚀性，实验人员应做好防护。
- 2、添加氢氟酸的实验，后续需要进行赶酸处理，防止腐蚀玻璃器皿和对结果造成影响。