

微波消解磷铁

一、前言

磷铁是从制磷电炉中获得的，它是含磷 20-26%，含硅 0.1-6% 的共生化合物，可改变钢的抗蚀性和切削性。磷铁在炼钢工业中作为合金剂，还可以生产磷酸盐。为检测磷铁中的多种金属元素含量，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%)，硼酸(分析纯)

三、实验方法

3.1、消解

称取磷铁样品约 0.1g (精确至 0.1mg)，加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 20min，

组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

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、二次消解

实验结束，待冷却至 60°C 以下，消解罐转移至通风橱中缓慢打开，加入 10mL 饱和硼酸溶液，重新组装消解罐，按照如下设置参数进行二次消解实验：

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	30	400

实验结束，待冷却至 60°C 以下，消解罐转移至通风橱中缓慢打开，将消解液转移至离心管中，加水稀释，溶液中含有少量沉淀。

四、结果与讨论

实验选择的磷铁样品，取样量为 0.1g，采用逆王水+氢氟酸的混酸体系进行微波消解实验，然后补加饱和硼酸溶液进行二次消解络合氟化物，最高实验温度 210°C，溶液中含有少量沉淀，转移定容后取上清液或者过滤后上机检测。