

微波消解二氧化锆

1 前言

二氧化锆（化学式： ZrO_2 ）是锆的主要氧化物，通常状况下为白色无臭无味晶体，难溶于水、盐酸和稀硫酸。一般常含有少量的二氧化钪。化学性质不活泼，且具有高熔点、高电阻率、高折射率和低热膨胀系数的性质，使它成为重要的耐高温材料、陶瓷绝缘材料和陶瓷遮光剂，亦是人工钻石的主要原料。为了检测其中其他杂质金属的含量，采用微波消解的方法对样品进行快速消解，同时具有酸用量少，酸雾污染小，空白低等优点。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，分析天平(十万分之一)，移液管等



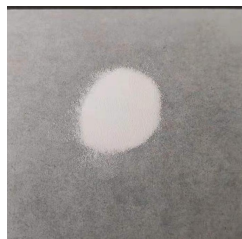
2.2 试剂

硝酸(68%)、盐酸（38%）、硫酸（98%），氟硼酸（40%）

3 实验方法

3.1 样品制备

将样品粉碎成细小颗粒，更有利于消解。



3.2 微波消解样品

了解到二氧化锆溶于 2 份硫酸和 1 份水的混合液中，微溶于盐酸和硝酸，慢溶于氢氟酸，几乎不溶于水。根据样品的性质，我们首先采用硫酸溶液溶液进行消解实验。

取适量样品，加入硫酸溶液，静置 3min-15min，观察反应状况，如无明显反应，组装消解罐，进行微波消解。



样品几乎未溶解

3.3 消解条件的探究

通过多次混酸实验，最终选用以下方法进行二氧化锆样品的消解：

取样量：0.1g（精确至 0.1mg）

消解用酸：缓慢加入 6mL 盐酸、6mL 硫酸和 6mL 氟硼酸，静置一段时间待反应完全后则组装消解罐进行消解：

阶段	温度/℃	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	220	350	17	20
2	220	350	0.5	10



样品消解完全

4 结果讨论

二氧化锆样品化学性质不活泼，不易溶解，采用盐酸+硫酸+氟硼酸的酸体系在 220 度下保温 30 分钟，可将 0.1g 的样品消解至澄清透明状态。

注意事项

硫酸与其他酸混合时，由于盐酸和氟硼酸中都含有大量的水，会放出大量的热，应缓慢混合，同时做好个人防护。