

微波消解硅粉

1 前言

硅粉 (Microsilica 或 Silica Fume) , 也叫微硅粉、硅灰, 是工业电炉在高温熔炼工业硅及硅铁的过程中, 随废气逸出的烟尘经特殊的捕集装置收集处理而成。在逸出的烟尘中, SiO_2 含量约占烟尘总量的 90%, 颗粒度非常小, 平均粒度几乎是纳米级别, 故称为硅粉。

为了检测硅粉中的重金属含量, 可采用微波消解的方法对其进行前处理, 本方法消解迅速, 酸用量少, 酸雾污染小, 有利于 AAS、ICP 等对痕量重金属元素的准确快速测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK PLUS 微波消解仪, TK-12 赶酸器, 分析天平(十万分之一), 移液管等。

2.2 试剂:

硝酸(68%)、氢氟酸 (40%)

3 实验方法

3.1 样品制备

样品颗粒较小, 更有利于消解处理。



3.2 消解条件的探究

硝酸是重金属消解最常用的酸, 也是很多消解实验的基础酸。而氢氟酸能有效地使硅酸盐变成可挥发的 SiF_4 , 而留下其他要测量的元素。少量 HF 与其他酸相结合使用, 可有效地

防止样品中待测元素形成硅酸盐。我们采用硝酸与氢氟酸的混合酸进行消解实验。

3.2.1 混酸比例

取 0.1g (精确至 0.1mg) 样品，用不同的混酸体系按照以下参数进行消解：

阶段	温度/°C	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	200	350	15	20



硝酸：氢氟酸=3：1



硝酸：氢氟酸=1：3

当硝酸与氢氟酸的比例为 1 : 3 的时候效果最佳。

4 实验结论

经过实验，推荐硅粉使用硝酸和氢氟酸，比例为 1 : 3，消解温度 200°C，消解实验在 30~40min，取样量在 0.1 左右，消解效果最佳。

注意事项

- 1) 消解完成后需赶酸去除 HF，以防对玻璃仪器的腐蚀。
- 2) 氢氟酸对人体伤害较大，应做好防护，加酸步骤在通风橱中进行。
- 3) 氢氟酸会与样品剧烈反应，应缓慢添加，防止试剂溅出。