

微波消解铁精粉

1 前言

铁矿石经过破碎、磨碎、选矿等加工处理成矿粉叫铁精粉，铁精粉是球团的主要原料，其中铁的含量的波动将直接影响成品球团矿的质量。为了检测铁精粉中铁以及其他金属的含量，采用微波消解的方法将样品溶解。而且微波消解有消解迅速，酸用量少，酸雾污染小等优点，有利于 AAS、ICP 等对铁精粉中各类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-20 赶酸器、分析天平(十万分之一)、移液管等



2.2 试剂：

硝酸(68%)、盐酸 (37%)、氢氟酸 (40%)

3 实验方法

3.1 样品前处理

样品粉碎效果越好消解难度越低。

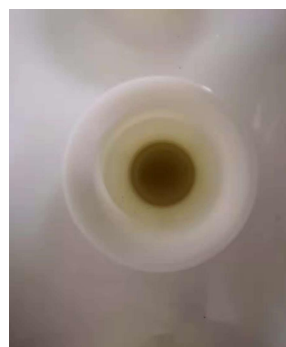


3.2 微波消解样品

取适量样品，加入硝酸，静止 10min-30min，观察反应状况，如无明显反应，组装消解罐，进行微波消解。



加酸之初



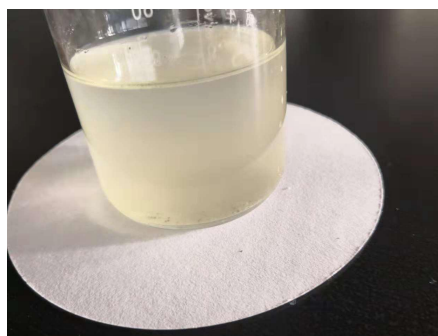
静止 30 分钟之后

3.3 探究消解条件

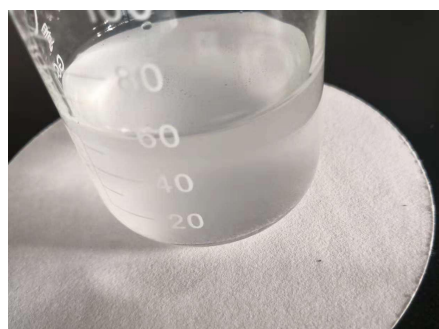
盐酸主要用于金属和地矿类样品的消解，和硝酸配成王水消解效果更佳，对于一些贵金属的测试有很大帮助。硝酸是重金属消解最常用的酸，也是很多消解实验的基础酸。硝酸具有很强的酸性和氧化性，且绝大多数硝酸盐易溶于水，为后续测试带来方便。

3.3.1 消解温度

硝酸消解样品常用温度为 180°C ，这个温度下硝酸具有极强的氧化性，可以消解大多数有机样品。但铁精粉样品无机物组分占大多数，所以单纯硝酸消解铁精粉样品时消解效果不好，采用王水作为消解试剂，最佳温度在 200°C 左右。



硝酸



硝酸+盐酸

3.3.2 取样量

金属与酸反应会产生大量氢气，经过试验，铁精粉的取样量应控制在 0.1g 以内。

3.3.3 混酸消解探究

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	罐数/个	温度/℃	时间/min
1	10	150	10
2	10	180	5
3	10	200	30

实验结果如下：

混酸方案	消解效果
6ml 盐酸+2ml 氢氟酸	少量沉淀
6ml 硝酸+2ml 盐酸	少量沉淀
6ml 硝酸+2ml 硫酸	大量沉淀
6ml 硝酸+2ml 氢氟酸	大量沉淀
6ml 王水+2ml 氢氟酸	澄清

氢氟酸会对腐蚀玻璃仪器，使用氢氟酸后必须要进行赶酸处理，才可转移至玻璃容器中。



王水+氢氟酸

4 实验结论

盐酸主要用于金属和地矿类样品的消解，可与硝酸配成王水消解效果更佳。

氢氟酸主要用于消解含有硅酸盐或者二氧化硅的样品，对于土壤晶格也有很强的破坏能力。消解过程中出现灰白色沉淀则建议加氢氟酸进行消解。

经过实验，推荐消解铁精粉使用硝酸、盐酸和氢氟酸，消解温度大概 200℃，消解实验在 40~50min，取样量在控制在 0.1g 以内。

注意事项：

- 1) 随着罐数的增加，升温时间可以适当的延长，使之能够在预设的时间内达到目标温度，若升温缓慢或者迟迟无法达到预设温度，则检查主控罐是否存在漏气。
- 2) 需设置升温梯度，保证内罐密封完全，减少待测元素的损失。
- 3) 王水挥发性较强，实验过程中要佩戴防毒面具，保证实验室通风。实验完成后，及使用湿润的布或者纸张擦拭炉腔内部，仪器的外盖保持敞开，自然风干。