

微波消解铯灰

1 前言

铯是一种银白色、坚硬的金属，具有高反射率。铯金属通常不会形成氧化物，熔融的铯会吸收氧气，但在凝固的过程中释放。钐、铯、钡、铷、铟、铂 6 个元素在地壳中的含量都非常少。这 6 个元素在化学上称作铂族元素，加上银和金，统称为贵金属。除了铂在地壳中的含量为亿分之五、钡在地壳中的含量为亿分之一外，钐、铯、铷、铟 4 个元素在地壳中的含量都只有十亿分之一。又由于它们多分散于各种矿石之中，很少形成大的聚集，所以价格昂贵。为了提取铯灰中的铯元素，我们采用微波消解的方法对铯灰样品进行前处理，ICP-MS 进行后续的检测，通过铯元素的回收情况，选择最佳的消解参数。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MDS-15 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。

2.2 试剂

盐酸（38%），过氧化氢（40%）

3 实验方法

3.1 样品制备

铯灰样品消解前要尽量粉碎，保证金属铯充分暴露出来，从而更好的与酸接触。

3.2 微波消解金属铯

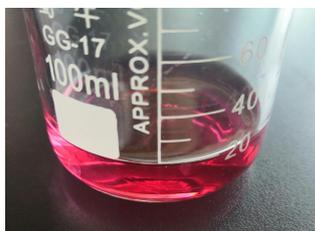
通过查阅资料可知铈不溶于多数酸，它完全不溶于硝酸，稍溶于王水。我们采用盐酸+过氧化氢的酸体系来消解金属铈

精确称取金属铈 0.05g (精确至 0.1mg) ，加入 10mL 盐酸和 2mL 过氧化氢，静置 30min 后组装消解罐，组装消解罐进行实验，参数如下：

表一

| 阶段 | 温度/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1 | 150 | 10 | 400 |
| 2 | 180 | 5 | 400 |
| 3 | 220 | 90 | 400 |
| 4 | 220 | 90 | 400 |
| 5 | 220 | 60 | 400 |

实验结束，待冷却至室温后取出消解罐，转移至通风橱中打开，消解液为澄清透明的淡红色。



3.3 微波消解铈灰

通过 3.2 的实验证明，盐酸+过氧化氢体系可将铈元素溶解，我们采用不同的参数条件来消解铈灰样品，选择一种回收率高，且条件较温和的方案。

3.3.1

称取铈灰样品约 0.10426g 置于消解罐底部 加入 10mL 盐酸和 2mL 过氧化氢 静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表二

| 阶段 | 温度/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1 | 150 | 10 | 300 |
| 2 | 180 | 5 | 300 |
| 3 | 220 | 65 | 300 |
| 4 | 220 | 60 | 300 |

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，压力为零时，取出罐架，转移至通风橱中。打开消解罐，静置一段时间至酸雾散尽后转移并定容至 50mL 容量瓶中。

3.3.2

称取铈灰样品约 0.10630g 置于消解罐底部 加入 12mL 盐酸和 2mL 过氧化氢 静置 30min 左右，组装消解罐，按照表二的参数进行消解实验，消解液转移并定容至 50mL 容量瓶中。

3.3.3

称取铈灰样品约 0.10656g 置于消解罐底部 加入 12mL 盐酸和 2mL 过氧化氢 静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表三

| 阶段 | 温度/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1 | 150 | 10 | 300 |
| 2 | 180 | 5 | 300 |
| 3 | 230 | 65 | 300 |
| 4 | 230 | 60 | 300 |

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，压力为零时，取出罐架，转移至通风橱中。打开消解罐，静置一段时间至酸雾散尽后转移并定容至 50mL 容量瓶中。

3.3.4

称取铈灰样品约 0.10662g 置于消解罐底部 加入 12mL 盐酸和 2mL 过氧化氢 静置 30min

左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表四

| 阶段 | 温度/°C | 时间/min | 功率/W |
|----|-------|--------|------|
| 1 | 150 | 10 | 300 |
| 2 | 180 | 5 | 300 |
| 3 | 230 | 65 | 300 |
| 4 | 230 | 30 | 300 |

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，压力为零时，取出罐架，转移至通风橱中。打开消解罐，静置一段时间至酸雾散尽后转移并定容至 50mL 容量瓶中。

经多种方法进行实验，样品均无法完全溶解，过滤后用 ICP-MS 检测铈元素的含量。



4 结果与讨论

| 检测项目 | 实验方法 | 最高温度 (°C) | 保温时间 (h) | 检测浓度 (mg/L) | 含量 (%) |
|--------|-------|--------------|-------------|----------------|-----------|
| 铈 (Rh) | 3.3.1 | 220 | 2 | 173.57 | 8.32 |
| | 3.3.2 | 220 | 2 | 175.55 | 8.26 |
| | 3.3.3 | 230 | 2 | 202.54 | 9.50 |
| | 3.3.4 | 230 | 1.5 | 201.73 | 9.46 |

铈灰样品无法完全消解，通过微波消解的方法将其中的铈元素溶解至溶液中，以便后续回收利用，检测前需进行过滤处理。采用四种方法对样品进行消解实验，可以看出当实验温度为 230°C 时，铈元素溶解效果要比 220°C 好，而且保温时间缩短半小时后，两种方法的结果

也比较接近。对于该铈灰样品的最终方案为，取样 0.1g，加入 12mL 盐酸和 2mL 过氧化氢，最高温 230°C 保温 1.5h。

注意事项

1. 实验过加入盐酸与过氧化氢后会剧烈反应，放出大量刺激性气体，实验应在通风橱中进行，需要静置 30 分钟以上。

2. 不同来源的铈灰样品中所含的铈元素不同，应根据时间情况适当调整反应时间。