

微波消解镍钴钼合金

1 前言

钴铬钼合金 (CoCrMo) 是钴基合金中的一种,也是通常所说的司太立 (Stellite) 合金的一种,是一种能耐磨损和耐腐蚀的钴基合金。钴铬钼合金是以钴作为主要成分,含有相当数量的铬、钼和少量的镍、碳等合金元素,偶尔也还含有铁的一类合金。为了检测合金中的元素含量,我们通过微波消解的方法来对钴铬钼合金进行前处理,有利于后续检测设备对多种元素的检测。

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

硝酸(68%), 盐酸 (38%)

3 实验方法

3.1 样品制备

选取两种成分不同的镍钴钼合金,样品在实验前要尽量粉碎,颗粒度越小,接触面积越大,越有利于消解实验的进行。

3.2 微波消解样品

3.2.1 一号样品

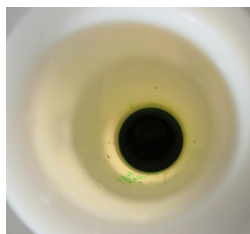
称取一号合金样品约 0.2g(精确至 0.1mg)置于消解罐底部 ,加入 2mL 硝酸和 6mL 盐酸 ,静置 30min 左右 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行消解实验 :

| 阶段 | 温度/℃ | 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℃以下 , 压力为零 , 取出罐架转移至通风橱中 , 打开消解罐 , 放置在赶酸器上 150℃赶酸至小于 1mL , 转移定容至 50mL 容量瓶中。



一号样品粉末



加酸



定容

3.2.2 二号样品

称取二号合金样品约 0.2g(精确至 0.1mg)置于消解罐底部 ,加入 2mL 硝酸和 6mL 盐酸 ,静置 30min 左右 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行消解实验 :

| 阶段 | 温度/℃ | 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℃以下 , 压力为零 , 取出罐架转移至通风橱中 , 打开消解罐 , 赶酸后定容至 50mL 容量瓶中。



样品粉末



加酸



定容

3.3 取样量

金属与酸反应会产生大量氢气，样品加酸后需要静置较长的时间，然后进行微波消解，通过实验验证最大取样量不得高于 0.3g。

4 结果与讨论

镍钴钼合金的最大取样量不得高于 0.3g，采用王水体系进行实验，均可消解至澄清透明状态。样品与试剂混合后，常温下会有一定的反应，需静置 30min 左右再上机进行微波消解。

注意事项

王水挥发性较强，加酸过程在通风橱中进行，实验人员做好防护工作。镍钴钼合金的种类较多，不同类型的合金样品组分差异较大，要根据样品的具体属性，适当调整酸体系，寻找最佳方案。