

微波消解稀土

1 前言

稀土是化学周期表中镧系元素和钪、钇共十七种金属元素的总称。稀土矿物分布在岩浆岩及伟晶岩中以硅酸盐及氧化物为主，在热液矿床及风化壳矿床中以氟碳酸盐、磷酸盐为主。富钇的矿物大部分都存在花岗岩类岩石和与其有关的伟晶岩、气成热液矿床及热液矿床中。稀土元素由于其原子结构、化学和晶体化学性质相近而经常共生在同一个矿物中，即钪族稀土和钇族稀土元素常共存在一个矿物中，但这类元素并非等量共存，有些矿物以含钪族稀土为主，有些矿物则以钇族为主。本文消解的稀土主要成分为氧化镧、氧化铈、氧化钇及氧化锆。通过微波消解方法对稀土进行前处理，有利于后续对样品中痕量元素含量的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 JUPITER-B 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

盐酸(37%)

3 实验方法

3.1 消解实验

3.1.1 称取样品约 0.05g (精确至 0.1mg) 于消解罐中, 加入 8mL 盐酸, 静置 5min 组装消解罐, 用 JUPITER-B 微波消解仪进行消解实验参数如下:

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	215	45	400

最大实验压力为 2.4Mpa。实验结束后, 待仪器降温至 60°C 以下, 将样品转移至通风橱, 缓慢打开罐盖放置 5min 后, 观察消解罐中样品消解液为澄清透明溶液, 将其放置赶酸器上于 150°C 赶酸至近干, 转移至容量瓶中消解液为澄清透明溶液, 样品被完全消解。

3.1.2 称取样品约 0.1g (精确至 0.1mg) 于消解罐中, 加入 8mL 盐酸, 静置 5min 组装消解罐, 用 JUPITER-B 微波消解仪进行消解实验参数如下:

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	205	45	400

最大实验压力为 2.4Mpa。实验结束后, 按 3.1.1 中步骤得到的消解液仍为澄清透明溶液, 样品被完全消解。

4 结果与讨论

稀土样品取样量 0.05g 使用盐酸在 215°C 消解 45min 时，样品能被完全消解，将其取样量增加至 0.1g，温度降低至 205°C，使用同样的酸体系，样品也可被完全消解，实验最大压力 2.4Mpa。

注意事项

样品中加入盐酸时消解罐内反应剧烈，应在通风橱中缓慢加入。