

# 微波消解醋酸铑

## 1 前言

醋酸铑是一种化学品，化学式  $C_2H_3O_2Rh$ ，分子量 280.04，外观棕色细粉末，微溶于水。为了检测醋酸铑中的铑元素含量，寻找一种合适的微波消解方法对其进行前处理，有利于后续检测设备对铑元素的快速准确测定。

## 2 仪器与试剂

### 2.1 仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)等

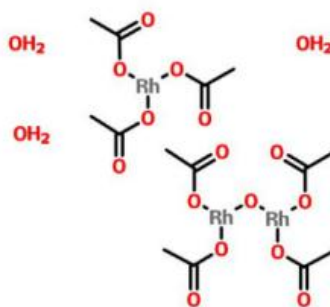


### 2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸 ( 38% )，过氧化氢 ( 30% )，

## 3 实验方法

### 3.1 醋酸铑分子式



### 3.2 微波消解参数探究

精确称取醋酸铯样品 0.1g ( 精确至 0.1mg ) , 置于消解罐底部, 加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 1mL 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:

表一

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	45	400

实验结束, 样品无法完全消解

重新称取醋酸铯样品 0.1g ( 精确至 0.1mg ) , 置于消解罐底部, 加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 1mL 过氧化氢, 静置 30min 左右, 组装消解罐, 按照如下设置参数进行实验:

表二

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	60	400

实验压力过高, 实验终止。

样品的反应压力在 210°C 左右, 重新称取样品 0.05g, 加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 1mL 过氧化氢, 静置 30min 左右, 按照表二的参数进行消解实验。实验结束, 待冷却至 60°C 以下后取出, 转移到通风橱中打开消解罐, 放置在赶酸器上, 150°C 赶至 0.5mL 左右, 转移至烧杯中, 纯水稀释, 溶液澄清透明无明显杂质。

## 4 结果

实验选取的醋酸铈样品，为了保证实验的安全性，取样量应控制在 0.05g 左右，采用逆王水+过氧化氢的混酸体系进行消解，最高温度 210℃，保温 1h 左右，可将样品完全溶解。

## 注意事项

1. 盐酸挥发性较强，试剂添加步骤与打开消解罐的步骤都需要在通风橱中进行。
2. 加入试剂后需要静置一段时间，样品中的部分成分会在常温反应，待反应结束后再上机实验。