

微波消解锆合金

1 前言

锆合金是锆或其他金属的固溶体。锆具有非常低的热中子吸收截面，高硬度，延展性和耐腐蚀性。锆合金的主要用途是核技术领域，例如核反应堆内的燃料棒等。核级锆合金的典型组成是超过 95% 锆和低于 2% 的锡，铌，铁，铬，镍和其它金属，加入这些金属来提高机械性能和耐腐蚀性。为了检测合金中的多种金属成分，我们选择微波消解来对样品进行前处理，该方法消解效果好、空白低、有利于后续检测设备对多种金属元素的快速检测。

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%)，氢氟酸(40%)，氟硼酸(40%)，盐酸(38%)，

3 实验方法

3.1 微波消解参数探究

称取锆合金样品 0.1g (精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸和 6mL 盐酸静

置 10min 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/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	45	400

实验结束，赶酸稀释后溶液中含有白色沉淀。

重新称取样品 0.1g(精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照表一设置的参数进行消解实验，赶酸稀释后溶液中仍含有少量白色沉淀。

重新称取样品 0.1g(精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、4mL 盐酸和 4mL 氟硼酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照如下参数进行消解实验：

表二

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

实验结束，待冷却至 60℃以下后取出，转移到通风橱中打开消解罐，赶酸稀释后溶液澄清透明。

3.2 取样量

通过实验验证，本次实验选用的锆合金样品最大取样量为 0.1g。

4 结果

实验选取的锆合金样品，为了保证实验的安全性，取样量应控制在 0.1g 左右，采用硝酸+盐酸+氟硼酸的混酸体系进行消解，可将样品完全溶解。

注意事项

1. 王水挥发性和腐蚀性较强，加酸步骤必须在通风橱中进行，且实验人员要做好防护。
2. 氢氟酸与氟硼酸都会对玻璃器皿造成腐蚀，微波消解实验后需进行赶酸处理，将氢氟酸和氟硼酸去除。