

微波消解在钴基合金样品前处理中的应用

上海屹尧分析仪器公司

摘要：本方法为钴基合金（牌号分别为F221 与F222）样品的前处理方法（F221 中各主要元素的含量为：C 0.5~1.0；Cr 24~28； Si 1.0~3.0； W 4.0~6.0； B 0.5~1.0； Fe \leq 5； Co 系量。F222 中各主要元素的含量为：C 0.5~1.0；Cr 19.0~23.0； Si 1.5~2.0； W 7.0~9.0； Fe \leq 5； Co 系量）。样品加入盐酸（HCl）、磷酸（H₃PO₄）和氢氟酸（HF）并使用上海屹尧分析仪器有限公司的WX-8000 型微波快速消解系统做消解处理。本方法操作简单，消解速度快，效果完全，干扰少。可大大缩短了检验周期，取得满意的结果。

试剂：盐酸 HCl（30 %）、磷酸H₃PO₄、氢氟酸 HF（49 %），纯度均为分析纯。

仪器：上海屹尧分析仪器公司 WX-8000 型微波快速消解系统，KJ-100 高压密闭消解罐。

实验方法：

1. 精确称取 0.10g 钴基合金样品于聚四氟乙烯消解罐中，加入 4mL HCl、2mL H₃PO₄、0.5mL HF，混匀，加盖密封。
2. 将消解罐置于 WX-8000 型微波快速消解系统中，并确认温度罐和压力罐已分别与温度传感器和压力传感器连接。
3. 参数设定分别为：

步骤	温度（℃）	压力（atm）	时间（min）	功率（W）
1	180	30	8	1000
2	220	30	12	1000

4. 待冷却至低于 80℃后取出消解罐，并转移至容量瓶稀释定容。

注：(1) 消解结束，样品澄清，呈灰色透明状溶液，无不溶物。