

## 微波消解陶瓷粉

### 1 前言

所谓陶瓷粉体就是制备陶瓷时所有原料经充分混合均匀后焙烧后的粉末状物质。陶瓷的原料之间的化学反应不是在熔融的状态下进行的,而是在比熔点低的温度下,通过各原子(或离子)之间的扩散来完成的,也就是固相反应,所以经过焙烧得到的陶瓷粉体已经是纯相晶体物质。我们选取一种陶瓷粉样品,采用微波消解作为前处理方法,选择一种可将其完全溶解的方案,有利于后续对多种重金属含量的快速准确测定。

### 2 仪器与试剂

#### 2.1 仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪,赶酸器,分析天平(十万分之一)等。



#### 2.2 试剂

硝酸(68%), 盐酸(37%), 氢氟酸(40%), 饱和硼酸溶液

### 3 实验方法

称取陶瓷粉样品约 0.1g (精确至 0.1mg), 加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 2mL 氢氟酸,

静置 15min 左右，待无明显反应后，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	45	400

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，补加 10mL 饱和硼酸溶液，组装消解罐按照如下设置参数进行二次消解：

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	30	400

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，消解液澄清透明，样品被完全溶解。

## 4 结果

实验选择的陶瓷粉样品，在取样为 0.1g，采用硝酸+盐酸+氢氟酸的混酸体系进行消解实验，然后补加饱和硼酸溶液进一步溶解氟化物沉淀，最高实验温度 210°C，样品可完全溶解。

## 5 注意

1) 不同种类的陶瓷粉成分存在一定差异，应根据样品组成选择合适的消解试剂与最佳实验参数。

2) 添加氢氟酸进行实验后，需进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿造成腐蚀，也可能对实验结果造成影响。