

微波消解硼铈化钴

1 前言

硼铈化钴呈兰紫色粒状，粘合作用强，具有耐热、耐湿、耐蒸汽、盐水等性能主要用于钢丝子午线轮胎，钢丝增强型运输带和胶管及其他橡胶金属复合制品有一定的危害。为了检测其中的硼元素含量，我们通过微波消解的方法对样品进行前处理，此方法方便快捷，空白值低，酸用量少，有利于后续检测仪器否快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MDS-15 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(38%)，过氧化氢(30%)

3 实验方法

3.1 样品制备

硼铈化钴样品可在实验前粉碎，有利于与试剂充分接触。如果不将样品粉碎，则需要加酸后静置较长的时间，使样品颗粒充分溶解。

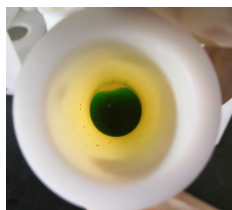


3.2 微波消解样品

称取橡胶粘合剂样品约 0.2g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸和 2mL 盐酸，静置 30min 左右 (样品颗粒初步溶解)，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	35	400

实验结束，待冷却至 60℃以下，压力为零，取出罐架转移至通风橱中，打开消解罐，放置在赶酸器上 150℃赶酸至小于 1mL，转移定容至 50mL 容量瓶中。



加酸



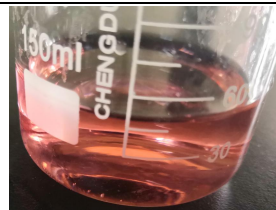
定容

3.3 调整温度与时间

称取橡胶粘合剂样品约 0.5g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸和 2mL 盐酸，静置 30min 左右 (样品颗粒初步溶解)，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	20	400

实验结束，消解液澄清透明。



3.4 改变酸体系优化方案

称取橡胶粘合剂样品约 0.5g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢，静置 30min 左右 (样品颗粒完全溶解) ，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	170	5	400
3	190	20	400

实验压力达到 3MPa ，实验结束，消解液澄清透明。

3.5 取样量

硼铈化钴样品在消解过程中会产生一定压力，通过实验验证当取样量为 0.5g 时，最大压力达到 3MPa ，因此本实验的最大取样量不得高于 0.5g。

4 结果与讨论

硼铈化钴样品最大取样量不得高于 0.5g 选用逆王水体系进行消解实验，最高温度 200℃，保温 30min 左右。可完全消解至澄清透明，消解液呈淡红色；最高消解温度上升至 210℃时，保温 20min 左右，样品也可完全消解。采用硝酸+过氧化氢的体系进行实验，样品同样可以消解，压力达到 3Mpa，建议在保证检测结果的前提下，减小取样量。