

铈粉中主元素含量的测定

摘要

本方案建立了一种利用 Milestone 超级微波消解仪消解铈粉中元素的方法，通过设定程序升温，在高温高压下消解样品，可以充分的分解样品，实验表明，样品的消解效果和稳定性良好。完全可以胜任此类实验。该方案可以实现标准曲线的自动配置，加酸量实现最优化，有效避免和减少试剂对分析人员造成的健康危害。超级微波具有高温高压，自动加压，高自动化的特点，可以更快速、更高效的完成实验，提高实验人员的工作效率。

关键词：

矿产；铈粉；超级微波消解仪；电感耦合等离子体光谱仪

1. 仪器设备

subCLEAN 高纯酸制备系统，Milestone；
TraceCLEAN 酸逆流清洗系统，Milestone；
Acid6 全自动加液仪，莱伯泰科；
MiniLab 3000 全自动液体处理平台，莱伯泰科；
UltraWAVE 超级微波消解系统，Milestone；
iCAP7000 电感耦合等离子体光谱仪，Thermo；



2. 标准溶液配制

使用 MiniLab 3000 全自动液体处理平台进行标准溶液的配制，设置程序，仪器自动配置 0.0, 0.1, 0.5, 1.0, 5.0, 10.0 mg/L 的标准工作曲线。

3. 样品前处理

3.1 把相应的硝酸和盐酸倒入到 subCLEAN 高纯酸制备系统中，运行相应程序，得到纯化后的酸，待用。将需要清洗的消解管放入到 TraceCLEAN 酸逆流清洗系统中，运行相应程序，等待程序运行结束，再将清洗好的管体拿出，待用。

3.2 称取 0.05 ± 0.0001 g 试样置于 5 位消解管中，将消解管放入 Acid6 全自动加液仪中添加一定量的盐酸和硝酸，装填到超级微波支架中，运行微波程序。

表 1 微波升温程序

步骤	时间	温度	功率
Step1	2min	120°C	1500W
Step2	6min	200°C	1500W
Step3	10min	270°C	1500W
Step4	60min	270°C	1500W

微波运行结束，无需赶酸，以蒸馏水定容至 50ml pp 管中，等待上机检测。

4. ICP-OES 仪器条件

表 2 光谱仪条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
RF 功率 (W)	1250	泵速 (mL/min)	1.5
冷却气体 (L/min)	15	雾化气体 (L/min)	0.9

5. 结论

5.1 标准曲线

用 MiniLab 3000 配置的标准曲线，曲线方程及线性相关系数，见表 3。

表 3 目标元素校准曲线

序号	目标元素	校准方程	r
1	铌	$y=0.02384x+0.2301$	0.9999

5.2 准确性、精密度

通过 UltraWAVE 超级微波消解系统消解，无需赶酸，能够达到消解铌粉样品完全溶解，样品溶液澄清透明，经 ICP-OES 电感耦合等离子体发射光谱仪进行检测分析铌粉中主含量元素 RSD 为 1.2%。

6. 方案特点

Milestone UltraWAVE 超级微波消解系统解决了铌粉极其难以消解以及消解时间长的问题。铌粉本身很难消解，但是通过微波的程序化升温，高温高压，密闭性良好等特点可以快速的将铌粉中铌元素消解完全。让实验分析变得更方便，简洁，测定结果一致性良好。

参考文献：1，全国有色金属标准化技术委员会 . 铌粉：GB/T 1422- 2004[S]. 北京：中国标准出版社，2004.

2，全国有色金属标准化技术委员会 . 纯铌中杂质元素的光谱分析：YS/T364-2006[S]. 北京：中国标准出版社，2006.

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
邮编: 101312
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
传真: 010-80486354
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号