

微波消解氧化铝

1 前言

氧化铝是一种高硬度的化合物，属于难以溶解的无机材料之一，常用于航空航天业、汽车业、半导体加工等领域。氧化铝作为高温耐火材料，常用来制瓷器，坩埚，人造宝石等。氧化铝的溶样方法主要有高温熔融法、磷酸或硫磷混酸加热溶解法以及盐酸密闭加热溶解法，检测方法主要有分光光度法、火焰光度法和光焰原子吸收光谱法。对于氧化铝的前处理方法，我们采用密闭加热的微波消解法，该方法试剂消耗少，空白低，元素损失小、回收完全，能够实现氧化铝的快速、完全消解，有利于后续的元素分析。

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

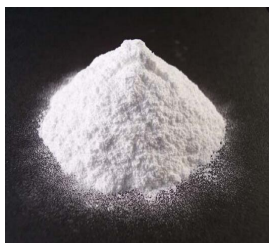


2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸(37%)，硫酸(98%)

3 实验方法

3.1 样品状态



白色粉末

3.2 实验方法

3.2.1 实验一

使用磷酸和硫酸作为实验的消解试剂，称取氧化铝样品 0.2g（精确至 0.1mg）于消解罐中，加入 7mL 磷酸和 2mL 硫酸，静置 5min 左右，组装消解罐，设定升温曲线，最高温度 220℃，保温 90min。

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	600
2	180	05	600
3	200	05	600
4	220	95	600

实验结束，冷却后缓慢打开罐盖，消解液澄清透明，样品可完全消解。

3.2.2 实验二

使用稀硫酸作为实验的消解试剂，称取氧化铝样品 0.2g（精确至 1mg）于消解罐中，加入 6mL 硫酸和 6mL 纯水，静置 5min 左右，组装消解罐，设定升温曲线，最高温度 240℃，保温 90min。

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	600
2	180	05	600
3	200	05	600
4	220	05	600
5	240	95	600

实验结束，冷却后缓慢打开罐盖，消解液澄清透明，样品可完全消解。

3.2.3 实验三

使用硝酸，盐酸和硫酸作为实验的消解试剂，称取**铂负载氧化铝催化剂**样品 2g（精确至 1mg）于消解罐中，加入 10.5mL 硝酸，3.5mL 盐酸和 1mL 硫酸，静置 5min 左右，组装消解罐，设定升温曲线，最高温度 210°C，保温 30min。

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	600
2	180	05	600
3	210	35	600

实验结束，冷却后缓慢打开罐盖，消解液澄清透明，样品可完全消解，实验最高压力小于 400psi。

3.2.4 实验四

使用磷酸和硫酸作为实验的消解试剂，称取**工业氧化铝**样品 0.1g（精确至 0.1mg）于消解罐中，加入 7mL 磷酸和 2mL 硫酸，静置 5min 左右，组装消解罐，设定升温曲线，最高温度 230°C，保温 40min。

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	600
2	180	05	600

3	210	05	600
4	230	45	600

实验结束，冷却后缓慢打开罐盖，消解液澄清透明，样品可完全消解。

3.2.5 实验五

使用磷酸和硫酸作为实验的消解试剂，称取**高温煅烧氧化铝**样品 0.1g（精确至 0.1mg）于消解罐中，加入 7mL 磷酸和 2mL 硫酸，静置 5min 左右，组装消解罐，设定升温曲线，最高温度 230℃，保温 60min。

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	600
2	180	05	600
3	210	05	600
4	230	65	600

实验结束，冷却后缓慢打开罐盖，消解液澄清透明，样品可完全消解。

3.2.6 实验六

使用磷酸和硫酸作为实验的消解试剂，称取**板状刚玉**样品 0.1g（精确至 0.1mg）于消解罐中，加入 7mL 磷酸和 2mL 硫酸，静置 5min 左右，组装消解罐，设定升温曲线，最高温度 240℃，保温 60min。

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	600
2	180	05	600
3	200	05	600
4	220	05	600
5	240	65	600

实验结束，冷却后缓慢打开罐盖，消解液澄清透明，样品可完全消解。

4 总结

由于生产工艺或者材料本身的区别，不同的氧化铝的消解方法也不一样，消解程序可能需要适当调整，本方案中使用硫磷混酸体系，稀硫酸体系以及逆王水体系进行了实验，样品均可完全消解，此方案只供参考，用户可根据具体情况和经验优化消解方案。