

微波消解四氧化三钴

1 前言

四氧化三钴，化学式 Co_3O_4 。与四氧化三铁类似，可以近似的看作氧化钴（ CoO ）与氧化高钴（ Co_2O_3 ）形成的化合物。主要用于催化剂、氧化剂、制造钴盐、搪瓷颜料。为了检测四氧化三钴样品中的钴含量和是否含有其他的金属元素，我们采用微波消解做为前处理方法，选择合算的试剂与参数溶解样品，有利于后续检测设备对多种元素的快速测定。

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

盐酸（38%），硝酸(68%)，氢氟酸（40%）

3 实验方法

3.1 样品图片（来源网络）



3.2 消解试剂的选择

盐酸对于金属氧化物具有更强的溶解能力，我们首先选择盐酸做为试剂进行实验。称取实验样品 0.2g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 10mL 盐酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表一

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	5	300
3	200	30	300

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，消解液呈深蓝色，赶酸定容后，溶液变为红色，容量瓶底部存在少量白色沉淀。

重新称取样品 0.2g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸和 6mL 盐酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表二

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	300
2	180	5	300
3	210	30	300

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，转移定容后，溶液中仍存在少量沉淀。

重新称取样品 0.2g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 10mL 盐酸和 0.5mL 氢氟酸，静置 30min 左右，组装消解罐，按照表一的参数进行消解实验，样品可完全溶解。

3.3 取样量的选择

通过验证，实验选择的消解参数，在保证完全溶解的前提下，四氧化三钴样品最大取样量为 0.5g。

4 结果

本次实验选择的四氧化三钴样品在取样量 0.5g 以内，采用盐酸+氢氟酸或者王水+氢氟酸的混酸体系进行实验，最高温度 200℃保温 30min 左右，可消解至红色的澄清透明状态。

5 注意事项

1. 盐酸与王水的挥发性和腐蚀性较强，加液与赶酸过程要在通风橱中进行，同时做好室内通风。按照操作要求将爆裂块拧紧，防止漏气造成腐蚀。

2. 添加氢氟酸的实验必须进行赶酸处理，防止腐蚀玻璃器皿。