

## 微波消解硅溶胶

### 1 前言

硅溶胶为纳米级的二氧化硅颗粒在水中或溶剂中的分散液。由于硅溶胶中的  $\text{SiO}_2$  含有大量的水及羟基，故硅溶胶也可以表述为  $m\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 。制备硅溶胶有不同的途径，最常用的方法有离子交换法、硅粉一步水解法、硅烷水解法等。为了检测硅溶胶中的金属杂质含量，采用微波消解的方法对其进行前处理，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续对多种痕量元素的准确快速测定。

### 2 仪器与试剂

#### 2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)等。

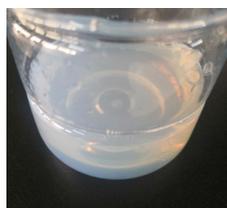


#### 2.2 试剂

硝酸(68%)，氢氟酸(40%)

### 3 实验方法

#### 3.1 样品图片



#### 3.2 微波消解样品

硝酸是重金属消解最常用的酸，也是很多消解实验的基础酸。硝酸具有很强的酸性和氧化性，且绝大多数硝酸盐易溶于水，为后续测试带来方便。硅溶胶中含有的硅元素，需要用氢氟酸来去除，本次实验选择硝酸与氢氟酸的混酸体系。

##### 3.2.1 微波消解

称取样品 1g (精确至 0.1mg)，加入 6mL 硝酸和 2mL 氢氟酸，室温静置一段时间，若无明显反应，则组装消解罐，按照如下设置参数进行消解：

| 阶段 | 温度/°C | 压力/psi | 升温时间/min | 保温时间/min |
|----|-------|--------|----------|----------|
| 1  | 200   | 400    | 15       | 15       |

待冷却至室温后可取出样品，赶酸、定容和进行后续测定。

##### 3.2.2 消解用酸

在取样量为 1g 的前提下，可将氢氟酸更换为酸性稍弱一些的氟硼酸，用于对硅元素的消解。

##### 3.2.3 取样量

经过验证，选用此方案进行消解实验，取样量可增至 2g 左右。

## 4 结果与讨论

硅溶胶样品可用硝酸+氢氟酸的体系来进行消解实验,在取样量低的情况下也可用氟硼酸替代氢氟酸,消解温度为 200°C,保温 15min。

### 注意事项

1.消解实验结束后需要进行赶酸处理,防止氢氟酸对玻璃器皿的腐蚀。如果要检测汞砷,赶酸温度控制在 120°C以下。

2.硅溶胶浓度存在一定的差别,要根据实际情况来选择最佳的消解方案。若浓度较低,可提高取样量,同时降低加酸量,保证液体总体积保持在 8~15mL。