

微波消解硅铝催化剂

1 前言

在化学反应里能改变反应物化学反应速率（提高或降低）而不改变化学平衡，且本身的质量和化学性质在化学反应前后都没有发生改变的物质叫催化剂（固体催化剂也叫触媒）。催化剂在现代化学工业中占有极其重要的地位，例如，合成氨生产采用铁催化剂，硫酸生产采用钒催化剂，乙烯的聚合以及用丁二烯制橡胶等三大合成材料的生产中，都采用不同的催化剂。我们选取一种固体硅铝催化剂进行实验，为了检测金属元素含量，我们通过微波消解的方法来对其进行前处理，有利于后续检测设备对多种痕量金属元素的检测。

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%)，氢氟酸（40%），氟硼酸（40%）

3 实验方法

3.1 样品选择

实验选用的是小颗粒的硅铝催化剂，无需再进行粉碎处理。

3.2 酸体系选择

硅铝催化剂样品中含有大量的硅、铝元素，硅元素需要选择氢氟酸或者氟硼酸进行消解，

而氢氟酸易与铝元素形成氟化铝沉淀，因此本实验选择硝酸+氟硼酸体系。

3.3 微波消解样品

称取样品约 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸和 2mL 氟硼酸，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	25	400

实验结束，待冷却至 60°C 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°C 赶酸至小于 1mL，转移定容后溶液澄清透明。

3.4 取样量

因为实验选择的硅铝催化剂含有大量的硅元素，而氟硼酸对硅元素的溶解能力要弱于氢氟酸，所以样品取样量应控制在 0.2g 以内。

4 实验结果

硅铝催化剂的最大取样量不得高于 0.2g，采用硝酸+氟硼酸体系进行实验，最高温度 200°C，保温 20min 左右，可消解至澄清透明状态。

注意事项

1. 实验后需进行赶酸处理，防止氟硼酸对玻璃器皿的腐蚀。
2. 催化剂种类繁多，不同类型的催化剂组分差异较大，要根据样品的具体属性，适当调整酸体系，寻找最佳方案。