

微波消解催化剂

一、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）。据统计，约有 90%以上的工业过程中使用催化剂，如化工、石化、生化、环保等。 催化剂种类繁多，按状态可分为液体催化剂和固体催化剂；按反应体系的相态分为均相催化剂和多相催化剂，均相催化剂有酸、碱、可溶性过渡金属化合物和过氧化物催化剂。催化剂在现代化学工业中占有极其重要的地位，选择不同的的催化剂样品，采用微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，该方法还有回收率高、空白低等特点，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

新仪 TANK 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等



2.2、试剂

硫酸（98%），磷酸（85%），硝酸（68%），盐酸（37%），氢氟酸（40%），氟硼酸（40%）

三、实验方法

3.1、硅铝催化剂

硅铝催化剂是一种以硅和铝的氧化物为主要成分的催化剂，通常用于石油化工、精细化工和环保领域。它具有高比表面积、良好的热稳定性和机械强度，能够提供酸性催化环境，促进多种化学反应的进行。

称取样品约 0.2g（精确至 0.1mg）于消解罐底部，加入 6mL 硝酸和 2mL 氟硼酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	2
2	180	2
3	200	20

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，将消解罐转移至通风橱中，缓慢打开罐盖，150°C 赶酸至剩余液体约 0.5mL，加水稀释，消解液澄清透明，样品可完全消解。

3.2、铂金催化剂

铂金催化剂是一种含有铂元素的材料，能够加速化学反应的进行，而自身在反应前后不发生永久性化学变化。铂金因其独特的化学性质，如高催化活性、良好的耐久性和抗中毒性，被广泛应用于多种工业和化学反应中。

精确称取样品约 0.1g（精确至 0.1mg）于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	2
2	180	2
3	210	60

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，将消解罐转移至通风橱中，缓慢打开罐盖，赶酸稀释后，溶液澄清透明，样品可完全溶解。

3.3、氧化铝催化剂

氧化铝催化剂是一种以氧化铝为主要成分的催化剂。氧化铝具有高比表面积、良好的热稳定性和机械强度，能够提供酸性催化环境，广泛应用于石油化工、精细化工和环保领域。

称取样品约 0.1g（精确至 0.1mg）于消解罐底部，加入 2mL 硫酸、2mL 磷酸、4mL 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实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	2
2	180	2

3	200	2
4	220	40

实验结束后，待冷却至 60℃ 以下，将消解罐转移至通风橱中，缓慢打开罐盖，赶酸稀释后，溶液澄清透明，样品可完全溶解。

四、结果与讨论

实验选择三类催化剂样品均可完全溶解，具体实验参数如下：

样品名称	取样量/g	试剂	最高温度/℃	保温时间/min
硅铝催化	0.2	硝酸、氟硼酸	200	20
铂金催化	0.1	硝酸、盐酸、氢氟酸	210	60
氧化铝催	0.1	硫酸、磷酸、硝酸、氟硼酸	220	40

五、注意事项

- 1、硫酸沸点较高，无法通过赶酸去除。
- 2、王水有很强的挥发性和腐蚀性，实验人员应做好防护。
- 3、加入氢氟酸和氟硼酸的实验，必须进行赶酸处理，防止腐蚀玻璃器皿和对实验结果造成影响。