

微波消解勃姆石

1 前言

勃姆石 (Boehmite) 又称软水铝石, 分子式是 γ -AlOOH (水合氧化铝), 它和主要成分为 α -AlO(OH), 是水铝石均是铝土矿的主要组成成分。勃姆石 (AlOOH) 是 γ -Al₂O₃的前驱体, 以其独特的化学、光学、力学性质在陶瓷材料、复合材料、表面防护层材料、光学材料、催化剂及载体材料、半导体材料及涂料等领域得到广泛的应用。采用微波消解方法对勃姆石样品进行前处理, 以便后续对其中的多种痕量金属元素进行检测。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

TANKPIUS 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%)

3 实验方法

3.1 硫磷混酸体系

对于 α -Al₂O₃样品, 通常采用硫磷混酸来进行消解。称取样品 0.1g (精确至 0.1mg), 加入 4mL 浓硫酸, 然后缓慢加入 4mL 浓磷酸, 静置 10min 左右, 组装消解罐, 按照表 1 的参数进行实验:

阶段	温度/°C	升温时间/min	压力/MPa	保温时间/min
1	150	8	2	2
2	180	3	2	2
3	220	6	2	30

表 1

实验结束，待冷却至室温后取出，样品可完全消解。

3.2 单一酸体系

只使用磷酸进行实验，取样品 0.1g（精确至 0.1mg），加入 8mL 浓磷酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照表一的试验参数进行消解实验。实验结束，待冷却至室温后取出，样品也可完全消解。

3.3 取样量

因硫酸与磷酸的沸点都比较高，勃姆石样品反应也不会释放大量的气体，因此压力较低。但样品反应温度较高，而且反应缓慢，建议取样量在 0.1g 左右。

4 结果与讨论

勃姆石样品采用硫磷混酸体系或单一磷酸进行实验，均可完全消解，在取样量不大于 0.1g 时，最高温 220°C，保温 30min。

注意事项

不同的勃姆石，组分含量有一定区别，若 α -Al₂O₃ 含量高且稳定性好，建议使用硫磷混酸体系，可根据实际情况适当调整硫酸与磷酸的比例。