

微波消解氧化钛-金红石、氧化钛-锐钛矿

1 前言

氧化钛是一种白色无机颜料，其可由金红石用酸分解提取，或由四氯化钛分解得到，氧化钛性质稳定，大量用作油漆中的白色颜料，具有良好的遮盖能力。氧化钛一般分锐钛矿型和金红石型。金红石就是较纯的氧化钛，一般含氧化钛在 95%以上，是提炼钛的重要矿物原料；锐钛矿是氧化钛的矿物之一，它本身可蚀变为金红石。通过微波消解方法对氧化钛金红石和氧化钛锐钛矿进行前处理，有利于后续对样品中痕量元素含量的快速准确测定。

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

硝酸(68%)、盐酸(37%)、氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 氧化钛-金红石消解实验

称取实验样品 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 3mL 氢氟酸，组装好消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	220	60	400

实验中最高压力 4Mpa，实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐，于 160℃赶酸约 1.5h 后，用纯水将消解液转移到容量瓶中后，消解液澄清透明，样品被完全消解。由于实验压力比较高，因此尝试在保证完全消解基础上降低温度、降低压力。称取实验样品 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 1.5mL 硝酸、4.5mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，组装好消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	205	45	400

实验中最高压力 2.7Mpa，实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐，于 160℃赶酸约 1.5h 后，用纯水将消解液转移到容量瓶中后，消解液澄清透明，样品被完全消解。

3.2 氧化钛-锐钛矿消解实验

称取实验样品 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 1.5mL 硝酸、4.5mL 盐酸和

2mL 氢氟酸，组装好消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	205	45	400

实验中最高压力 2.8Mpa，实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐，于 160℃赶酸约 1.5h 后，用纯水将消解液转移到容量瓶中后，消解液中少量沉淀存在，样品未被完全消解。称取实验样品 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，组装好消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	45	400

实验中最高压力 3.6Mpa，实验结束后，待冷却至 60℃以下，取出消解罐，于 160℃赶酸约 1.5h 后，用纯水将消解液转移到容量瓶中后，消解液澄清透明，样品被完全消解。

4 结果与讨论

氧化钛-金红石样品取样量 0.1g 使用王水+氢氟酸体系消解，上述两种方案均能将其完全消解，但为保证实验的高效性和安全性，建议减少用酸量，缩短保温时间。氧化钛锐钛矿要完全消解则需要比氧化钛金红石所需要的酸和温度都要多一些。

注意事项

加酸时应小心慢加，且需要在通风橱中操作。