

# 微波消解仪消解氧化铝

方案编号: HM-WB-001

适用仪器: HM-WB 系列微波消解仪

发布日期: 2026 年 4 月 30 日

## 1. 前言

氧化铝 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 作为一种高硬度、高熔点的难溶材料, 广泛应用于陶瓷、耐火材料、催化剂及铝冶炼行业。其成分分析 (尤其是微量元素检测) 的前处理是关键难点。传统的碱熔法流程长、污染大、易引入杂质。微波消解技术能在密闭体系内利用高温高压条件, 配合强酸体系高效分解氧化铝, 具有试剂用量少、空白值低、元素损失少、安全性高的显著优势。

本方案旨在提供一种高效、标准的氧化铝微波消解前处理方法, 为后续 ICP-MS、ICP-OES 等仪器准确测定其主量及微量元素含量奠定基础。

## 2. 仪器与试剂

### 2.1 仪器

微波消解仪, 分析天平 (感量 0.1 mg), 超纯水系统 (电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ ), 石墨赶酸仪, 容量瓶 (25 mL), 移液器, 玛瑙研钵

### 2.2 试剂

硫酸 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 优级纯)

磷酸 ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 优级纯)

氢氟酸 (HF, 40%, 优级纯, 剧毒, 严格管理)

硝酸 ( $\text{HNO}_3$ , 优级纯)

硼酸 ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ , 优级纯, 配制成饱和溶液用于络合残余  $\text{F}^-$ )

实验用水: 符合 GB/T 6682 规定的一级水。

## 3. 实验方法

### 3.1 试样制备

取代表性氧化铝样品, 研磨混合均匀, 于 105~110 $^{\circ}\text{C}$  烘箱中干燥 2 小时, 取出置于干燥器中冷却至室温, 密封备用。



图 2 制备后的氧化铝样品

### 3.2 微波消解

称样：准确称取制备好的氧化铝试样 0.1g~0.3g（精确至 0.0001g），置于洗净的微波消解罐中。

加酸：（在通风橱内操作，佩戴氢氟酸专用防护装备）

加入 3 mL 硫酸。

加入 3 mL 磷酸。

加入 2 mL 氢氟酸。

（可选：针对某些特殊样品，可再加入 1~2 mL 硝酸）。

预处理：将加好酸的消解罐敞盖，置于 180°C 的赶酸仪上预处理 40 分钟，使剧烈反应初步平稳，并驱除部分易挥发酸雾，冷却至室温。

消解程序设置：旋紧密封盖，放入微波消解仪。参考程序如下：

升温阶段	目标温度 (°C)	保持时间 (min)
1	180	10
2	200	10
3	220	25

### 3.3 冷却与赶酸

冷却与转移：消解程序结束后，待罐内温度自然冷却至 60°C 以下。消解罐冷却开盖后，直接将其置于赶酸仪上，在 130~150°C 下敞口加热，直至溶液液面上方的白烟（主要为 HF 与水的蒸气）显著减少或消失。将溶液冷却至室温。然后加入适量饱和硼酸溶液，摇匀，以络合残留的痕量氟离子，静置 10 分钟。在 160~180°C 下继续加热至溶液近干（约 0.5~1 mL）。



图3 氧化铝消解络合后状态（转移便于观察）

### 3.4 定容

冷却后用少量稀硝酸（约 1%）或水冲洗消解罐内壁，将溶液全部转移至 25 mL 容量瓶中。用水少量多次洗涤，洗涤液并入容量瓶，最后用水定容至刻度，摇匀待测。同法制备试剂空白。

## 4. 方案特点与关键点

### 4.1 方法优势

**高效分解:** 高温高压结合氢氟酸, 可有效破坏氧化铝的稳定结构, 特别是对含硅的氧化铝或 $\alpha$ 型氧化铝。

**元素保全:** 密闭消解有效防止了挥发性元素的损失, 前处理过程空白低。

**适用性广:** 本方案适用于各种晶型及不同纯度的氧化铝样品。

### 4.2 关键操作要点与安全警告

**氢氟酸安全:** HF 具有强腐蚀性和剧毒性, 皮肤接触后可能造成深部组织坏死甚至致命。必须在专用通风橱内操作, 必须佩戴氟化氢专用防化手套、护目镜和面罩。附近应备有葡萄糖酸钙凝胶作为应急解毒剂。

**器皿材质:** 含有 HF 的消解和转移过程, 严禁使用玻璃、石英器皿。

**消解完全性判断:** 消解后溶液应清澈透明, 若有不溶物, 可能需补加 HF 并延长消解时间。

**彻底赶走 HF:** 上机前, 必须通过高温赶酸和硼酸络合确保 HF 被彻底去除, 以保护雾化器、炬管等石英部件。

**温度控制:** 赶酸温度需足够高以去除硫酸, 但需防止溶液蒸干导致元素损失或形成难溶化合物。

## 5. 结论

称样 0.1~0.3g, 采用硫酸-磷酸-氢氟酸强酸体系, 在高温高压下可有效消解各类氧化铝样品。按所述程序消解后, 可获得澄清透明的试液, 满足国标检测要求。

## 6. 参考文献

[1] GB/T 24487-2022 《氧化铝》 [S].

[2] HJ 781-2016 《固体废物 22 种金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》(可参考其难溶样品前处理思路) [S].

[3] GB/T 6682-2008 《分析实验室用水规格和试验方法》 [S].