

微波消解生焦

1 前言

从石油焦工厂所生产的石油焦均称为生焦，生焦需再经高温锻烧，使其完成碳化，降低挥发份至最少程度。为检测其中的多种金属元素含量，我们选择一种生焦样品来进行微波消解实验，寻找可将其完全溶解的实验方法，方便后续检测。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)等



2.2 试剂

硝酸(68%)

3 实验方法

3.1 微波消解参数探究

精确称取生焦样品 0.1g (精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，静置 10min 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	30	400

实验结束，赶酸稀释后溶液中含有黑色沉淀，碳颗粒未完全溶解。

重新称取样品 0.1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 10mL 硝酸，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	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	35	400

实验结束，待冷却至 60°C 以下后取出，转移到通风橱中打开消解罐，赶酸稀释后消解液澄清透明。

3.2 取样量

碳颗粒消解会产生大量的二氧化碳，实验压力较高，为了保证实验安全性，本次实验选用的生焦样品最大取样量在 0.15g 左右。

4 结果

生焦样品取样量在 0.15g 以内，采用硝酸进行消解，最高实验温度 210°C，保温 30min，即可完全溶解。

注意事项

焦炭类样品结构差别较大，部分样品仅使用硝酸不能完全溶解，需要添加少量硫酸来增强试剂的氧化性，但硫酸沸点较高无法通过赶酸去除，应根据实际需要选择最合适的试剂。