

微波消解回转窑结焦

1 前言

随着国家对危险废物处置要求的提高，回转窑作为工业炉的一种，在危险废物焚烧处置工程中的应用越来越广泛。在随着回转窑转动焚烧过程中，于危险废物成分复杂，危险废物在高温下会进行分解，分解后的元素在高温下会重新组合，形成一部分低熔点盐类。这些低熔点盐类在高温下非常粘稠，可以自身粘结并粘附其它物质而在回转窑内结焦。通过微波消解方法对回转窑结焦进行前处理，有利于后续原子吸收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 TANK 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%)、氟硼酸(40%)、氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 消解实验

3.1.1 称取回转窑结焦样品约 0.05g (精确值 0.1mg)，加入 8mL 硝酸，静置 15min，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解：

阶段	温度/°C	升温时间/min	压力/psi	保温时间/min
1	210	16	400	20
2	210	0.5	400	20

实验结束后发现消解液中存在大量白色颗粒状沉淀，推测回转窑结焦样品中应该存在硅类物质。

3.1.2 称取回转窑结焦样品约 0.05g (精确值 0.1mg)，加入 6mL 硝酸，2mL 氢氟酸，静置 15min，组装消解罐，按照上述表内的参数进行消解，实验结束后发现消解液中仍有少量白色沉淀，因此样品中除了硅类物质外应该还有少量的钙镁成分。

3.1.3 称取回转窑结焦样品约 0.05g (精确值 0.1mg)，加入 5mL 硝酸，5mL 氟硼酸，静置 15min，组装消解罐，按照上述表内的参数进行消解，实验结束后回转窑结焦样品被完全消解。

4 结果

回转窑结焦样品中存在大量的硅类物质及少量的钙镁成分，所以选用硝酸加氟硼酸的消解酸种类。但由于氟硼酸的酸性弱，而样品中硅类物质又较多，因此加入了足量的氟硼酸在溶解硅类物质的同时防止钙镁发生沉淀。通过实验得出 0.05g 回转窑结焦中加入 5mL 氟硼酸和 5mL 硝酸，在 210°C 下保温 40min 可被完全消解。

注意事项

1. 由于实验中加入了氢氟酸或氟硼酸，消解后要对其进行赶酸。