

# 微波消解石油

## 1 前言

石油是指气态、液态和固态的烃类混合物，具有天然的产状。石油又分为原油、天然气、天然气液及天然焦油等形式，但习惯上仍将“石油”作为“原油”的定义用。石油是一种粘稠的、深褐色液体，被称为“工业的血液”。地壳上层部分地区有石油储存。主要成分各种烷烃、环烷烃、芳香烃的混合物，是地质勘探的主要对象之一。石油主要被用来作为燃油和汽油，也是许多化学工业产品，如溶液、化肥、杀虫剂和塑料等的原料。为了检测其中的金属元素含量，我们通过微波消解的方法来对石油样品进行前处理，有利于后续对痕量元素的准确快速测定。

## 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%)，过氧化氢(30%)

### 3 实验方法

#### 3.1 消解实验

称取石油样品约 0.1g( 精确至 0.1mg )置于消解罐底部 ,加入 6mL 硝酸和 2mL 过氧化氢 ,  
静置 15min 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	5	400
3	200	40	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 , 放置在赶酸器上 ,  
150°C 赶至 0.5mL 左右 , 转移至烧杯中 , 纯水稀释 , 消解液呈淡黄色。



重新称取石油样品约 0.1g ( 精确至 0.1mg ) 置于消解罐底部 , 加入 6mL 硝酸和 2mL 过氧化氢 , 静置 15min 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	5	400
3	220	60	400

实验结束 , 待冷却至 60°C 以下后取出 , 赶酸后消解液颜色变淡 , 但仍有颜色。



重新称取石油样品约 0.1g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部, 加入 6mL 硝酸和 2mL 过氧化氢, 静置 15min 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	5	400
3	220	90	400
4	220	90	400
5	220	90	400

实验结束, 待冷却至 60°C 以下后取出, 赶酸后消解液无色澄清透明。



### 3.3 取样量

石油中的有机物分解大量的二氧化碳, 通过实验发现, 在允许样品消解后澄清但存在淡黄色时, 本次选取的石油样品最大取样量在 0.2g 左右。

## 4 结果

石油样品的最大取样量在 0.2g 左右, 采用硝酸和过氧化氢的混酸体系进行实验, 最高温度 200°C 保温 40min 左右, 消解液呈淡黄色澄清透明状态; 在取样 0.1g, 最高温度 220°C 保温

4.5h 时，可将石油样品消解至无色澄清透明状态。

## 注意事项

1. 石油样品中检测不同的元素，所需要的条件不同，应根据实际需要选择相对温和的实验参数。