

微波消解石油焦

一、前言

石油焦是渣油经延迟焦化加工制得的一种焦炭，本质是一种部分石墨化的炭素形态。色黑多孔，呈堆积颗粒状，不能熔融。元素组成主要为碳，间或含有少量的氢、氮、硫、氧和某些金属元素，有时还带有水分。广泛用于冶金、化工等工业作为电极或生产化工产品的原料。为检测石油焦中的多种重金属元素含量，选择微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，该方法还有回收率高、空白低等特点，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

二、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%)，过氧化氢 (30%) ，氢氟酸 (40%) ，盐酸 (37%) ，硫酸 (98%) ，

硼酸 (分析纯)

三、实验方法

3.1、实验一

称取石油焦样品约 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸、1mL 过氧化氢和 2mL 氢氟酸，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
1	150	5
2	180	5
3	200	5
4	220	40

实验结束，待冷却至 60°C 以下，消解罐转移至通风橱中缓慢打开，消解液中含有白色沉淀，样品无法溶解。

3.2、实验二

重新称取石油焦样品约 0.1g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加 3mL 硫酸、3mL 硝酸和 2mL 氢氟酸，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
1	150	5
2	180	5
3	210	40

实验结束，待冷却至 60°C 以下，消解罐转移至通风橱中缓慢打开，补加 10mL 饱和硼酸溶液，重新组装消解罐，按照如下设置参数进行二次消解实验：

阶段	温度/°C	时间/min
1	150	5

2	180	5
3	200	30

实验结束，待冷却至 60℃以下，消解罐转移至通风橱中缓慢打开，消解液中含有少量白色沉淀。

3.3 实验三

重新称取石油焦样品约 0.3g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 3mL 硝酸和 9mL 盐酸，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/℃	时间/min
1	150	5
2	180	30

实验结束，待冷却至 60℃以下，消解罐转移至通风橱中缓慢打开，放置在赶酸器上 150℃赶酸，过滤定容后进行后续检测。

四、结果与讨论

当取样量为 0.1g 时，石油焦样品可采用硝酸+过氧化氢+氢氟酸的混酸体系进行实验；或者采用硫酸+硝酸+氢氟酸的混酸体系进行消解实验，然后补加饱和硼酸溶液络合，消解液中均含有少量沉淀未完全溶解。也可增大取样量，通过王水浸提的方式将待测元素溶出，过滤杂质后，上机进行检测。

五、注意事项

- 1、实验中加入氢氟酸，后续必须进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿造成腐蚀和影响检测结果。
- 2、硫酸沸点较高，无法通过赶酸去除。