

微波消解-火焰原子吸收测焦炭中的铬

1 前言

焦炭是固体燃料的一种，由煤在约 1000℃ 的高温条件下经干馏而获得，主要成分为固定碳，其次为灰分，所含挥发分和硫分均甚少。主要用于冶炼钢铁或其他金属，亦可用作制造水煤气、气化和化学工业等的原料，还是生产乙炔、氰氨基钙、二硫化碳和电极等反应剂，也是城市煤气工业的重要原料。

《SN/T 4369-2015 进出口煤炭中砷、汞、铅、镉、铬、铍的测定 微波消解-电感耦合等离子体质谱法》提供了微波消解的方法来消解煤炭类样品，与传统方法相比，微波消解具有酸雾污染小，回收率高，样品空白低等优点。有利于后续检测设备对样品中的金属元素快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK PLUS 微波消解仪，TK-20 赶酸器，火焰原子吸收分光光度计，铬空心阴极灯，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

硝酸(68%)，硫酸(98%)，高氯酸(72%)，氢氟酸(40%)，铬标准溶液(1000 μ g/mL)

3 实验方法

3.1 样品制备

样品尽量碾碎，体积越小，越容易消解。

3.2 微波消解

精确称取 5 组样品，质量为 0.1g (精确至 0.1mg)，然后分别加入 3mL 硫酸、3mL 硝酸、1mL 高氯酸和 1mL 的氢氟酸，室温静置一段时间，待其反应完全后，则组装消解罐，按照如下设置参数进行消解，最高压力 3MPa 以内：

阶段	温度/ $^{\circ}$ C	压力/MPa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	8	2
2	180	3	3	2
3	220	3	6	30

3.3 赶酸定容

冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 150 $^{\circ}$ C 赶酸至 1mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 25mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

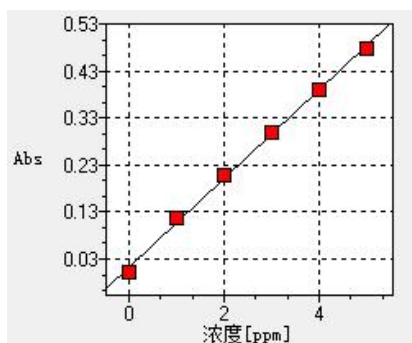
3.4 配制标准溶液

分别精密移取 0.0mL、0.1mL、0.2mL、0.3mL、0.4mL、0.5mL 铬标准溶液置于 6 个 100mL 容量瓶中，用 1% 的硝酸溶液稀释至刻度，得到每 1mL 溶液含铬分别为 0 μ g、1 μ g、2 μ g、3 μ g、

4 μg 、5 μg 的系列标准溶液。

3.5 标准曲线

波长 357.9nm，光谱带宽 0.2nm，滤波系数 0.3，灯电流 4mA，计算方式为连续法。



曲线方程: $[A]=K_1[C]+K_0$

$K_1=0.0944$, $K_0=0.0121$

线性相关系数: 0.99881

4 实验结果

样品名称	铬含量 $\mu\text{g/g}$					平均值 $\mu\text{g/g}$	RSD/%
	1	2	3	4	5		
焦炭	27.35	26.17	28.26	25.73	27.69	27.04	3.91

焦炭样品中铬含量为 27.04 $\mu\text{g/g}$ ，测量结果的 RSD 为 3.91%，重复性较好。

参考文献

[1] SN/T 4369-2015 进出口煤炭中砷、汞、铅、镉、铬、铍的测定 微波消解-电感耦合等离子体质谱法

注意事项

实验之前用离子风机处理内罐，减少因静电作用而吸附在罐壁上的样品。