

微波消解 AOD 炉渣

1 前言

AOD 炉法（即氩氧脱碳法）是精炼不锈钢较先进的技术。其具有设备简单、操作方便、适应性强、投资省、生产成本低等优点，而被广泛采用。将高炉铁水和中频炉上熔化的合金，经钢包注入 AOD 炉，冶炼时吹入 O₂、Ar 或 N₂ 混合气体，对钢水脱碳，同时由加料系统加入还原剂、脱硫剂、铁合金或冷却剂等调整钢水成分和温度，冶炼出合格的不锈钢水供连铸机。我们选择一种 AOD 炉渣来进行微波消解实验，寻找可将其完全溶解的实验方法。

2 仪器与试剂

新仪 MASTER-18 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)等，硝酸(68%)，氢氟酸（40%），氟硼酸（40%），盐酸（38%），饱和硼酸溶液

3 实验方法

3.1 微波消解参数探究

精确称取 AOD 炉渣样品 0.2g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 20min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

表一

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	45	400

实验结束，赶酸稀释后溶液中含有大量白色沉淀。

重新称取样品 0.2g(精确至 0.1mg) ,置于消解罐底部 ,加入 1mL 硝酸、3mL 盐酸和 6mL 氟硼酸 , 静置 20min 左右 , 组装消解罐 , 按照如下设置参数进行实验 :

表二

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	210	60	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 , 赶酸稀释后溶液中沉淀减少 , 增加氟硼酸的用量再次进行实验 , 沉淀仍无法完全去除。

重新称取样品 0.2g(精确至 0.1mg) ,置于消解罐底部 ,加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2mL 氟硼酸 , 静置 20min 左右 , 组装消解罐 , 按照表二设置参数进行实验。实验结束冷却后将消解罐转移至通风橱中打开 , 每个罐中补加 10mL 饱和硼酸溶液 , 重新组装消解罐 , 按照如下参数进行二次消解 :

表三

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	45	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 , 赶酸稀释后溶液澄清透明。

3.2 取样量

通过实验验证 , 本次实验选用的 AOD 炉渣样品最大取样量在 0.5g。

4 结果

实验选取的 AOD 炉渣样品，为了保证实验的安全性，取样量应控制在 0.5g 左右，采用王水+氢氟酸的混酸体系进行消解，冷却后添加饱和硼酸溶液进行二次消解，可将样品完全溶解。

注意事项

1. 王水挥发性和腐蚀性较强，加酸步骤必须在通风橱中进行，且实验人员要做好防护。
2. 本次实验选择的样品中含有大量的氧化钙与氧化硅，添加氢氟酸去除氧化硅后会形成氟化钙沉淀，再通过添加饱和硼酸溶液溶解氟化物，需要进行两次微波消解。因为 AOD 炉渣样品的成分种类与含量均存在一定差异，应根据样品实际需要选择最佳的消解方案。